
Kapazitiver Sensor zur präzisen Ortsbestimmung von Phasengrenzen in mikrofluidischen Strukturen

Zur Erlangung des Grades eines Doktors der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)
genehmigte Dissertation von Dipl.-Phys. Almuth Margaretha Gabriele Hoffmann aus Darmstadt
Tag der Einreichung: 16. Januar 2018, Tag der Prüfung: 14. Februar 2018
Darmstadt — D 17

1. Gutachten: Prof. Steffen Hardt
2. Gutachten: Dr. Michael Baßler



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT

Fachbereich Maschinenbau
Nano- und Mikrofluidik
Fraunhofer ICT-IMM

Kapazitiver Sensor zur präzisen Ortsbestimmung von Phasengrenzen in mikrofluidischen Strukturen

Genehmigte Dissertation von Dipl.-Phys. Almuth Margaretha Gabriele Hoffmann aus Darmstadt

1. Gutachten: Prof. Steffen Hardt
2. Gutachten: Dr. Michael Baßler

Tag der Einreichung: 16. Januar 2018

Tag der Prüfung: 14. Februar 2018

Darmstadt — D 17

Bitte zitieren Sie dieses Dokument als:

URN: urn:nbn:de:tuda-tuprints-72651

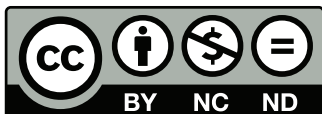
URL: <http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/id/eprint/7265>

Dieses Dokument wird bereitgestellt von tuprints,

E-Publishing-Service der TU Darmstadt

<http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de>

tuprints@ulb.tu-darmstadt.de



Die Veröffentlichung steht unter folgender Creative Commons Lizenz:

Namensnennung – Keine kommerzielle Nutzung – Keine Bearbeitung 4.0 International

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.de>

**Kapazitiver Sensor zur präzisen Ortsbestimmung von
Phasengrenzen in mikrofluidischen Strukturen**

Vom Fachbereich Physik
der Technischen Universität Darmstadt

zur Erlangung des Grades
eines Doktors der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat)

genehmigte Dissertation von
Dipl.-Phys. Almuth Margaretha Gabriele Hoffmann
aus Darmstadt

Referent: Prof. Steffen Hardt
Korreferent: Dr. Michael Baßler

Tag der Einreichung: 16. Januar 2018
Tag der Prüfung: 14. Februar 2018

Darmstadt 2018
D17



In der Mitte von
Schwierigkeiten
liegen die
Möglichkeiten.

(Albert Einsteins)

Abstract

The aim of this dissertation is the development and characterization of a sensor for monitoring fluid movement in microfluidic analyzers. Real-time detection of fluid plugs is of fundamental interest for process control in biomedical and microfluidic applications. The chemical or biological processes running in those analyzers are highly complex; For this purpose, a precise activation of e.g. mixers and valves is crucial to guarantee the whole sample to be processed. This dissertation presents a simple, planar electrode configuration for contactless measurement of fluid/gas interfaces and their velocity in microfluidic devices.

As part of the development, it was important to ensure that the sensor is a reusable component of the analysis unit and is not integrated into the channel. On the other hand, the sensor had to be insensitive to wetting of the channel walls and simply to be attached to the channel in order to offer an advantage over the light barriers used up to now.

A capacitive sensor meets these requirements. The **Moving Plug Sensor (MPS)** operates on the basis of the capacitively coupled contactless conductivity detection, C^4D . The contactless setup guarantees non-interacting detection inside of the – often disposable – microfluidic cartridge while being reusable. The C^4D detects the phase boundary of two substances by the difference of the permittivity of both media. Compared to currently used capacitive sensors, the C^4D consists of a system of three capacitively coupled electrodes. Two rectangular measuring electrodes are surrounded by a frame-shaped guarding electrode. This system of three capacitively coupled electrodes generates a characteristic signal. The step signal known from classic plate capacitors overlaps with a characteristic minimum followed by a maximum in capacity.

Those characteristics occur when the phase boundary has reached specific points in the detection region of the sensor and show a spatial relationship between the position of the fluid front and the signal shape. Thereby one MPS allows a very precise detection of the position of the fluid front at two points and thus also the calculation of the flow rate.

This new sensor principle is theoretically validated with simulations and its feasibility is experimentally confirmed for various liquids, sensor configurations and distances to the fluid plug front. The signals characteristics could be optimized for the contactless, precise position determination of liquid columns in microchannels. In summary, this dissertation presents a robust and highly accurate electrical sensor configuration with major advantages compared to common plug detection systems such as light barriers or integrated electrodes: minimized footprint on cartridge, contactless detection, combined and highly accurate measurement of plug position ($\pm 50\mu m$) and velocity ($< 2\%$), low cost fabrication, calibration based on geometric factors, easy mounting, wide range of operability, and applicability for opaque materials. In addition, it can be used for a wide range of permittive and low conductivity fluids.

Kurzfassung

Das Ziel dieser Doktorarbeit ist die Entwicklung und Charakterisierung eines Sensors zur Überwachung der Flüssigkeitsbewegung in mikrofluidischen Analysegeräten. Je nach Position der Probenflüssigkeit im Mikrokanal müssen z.B. Mischer und Ventile angesteuert werden, um ein richtiges Ablaufen der hochkomplexen chemischen und biologischen Prozesse in dem Analysegerät zu ermöglichen. Zum Zweck der präzisen Positionsbestimmung wird in dieser Arbeit eine einfache, planare Elektrodenstruktur zur kontaktfreien, kapazitiven Messung von flüssig/gas Grenzflächen vorgestellt. Der Sensor liegt außerhalb der Einwegkartusche und zeichnet sich, gegenüber den bisher eingesetzten Lichtschranken, zum einen durch seine Unempfindlichkeit gegenüber Benetzungen der Kanalwände aus und zum anderen ist er einfacher am Kanal anzubringen.

Der **Moving Plug Sensor (MPS)** arbeitet auf Basis der kapazitiv gekoppelten, kontaktfreien Leitfähigkeitsmessung, kurz C^4D (engl. **Contactless Capacitively Coupled Conductivity Detection**). Außerhalb des Kanals angebracht, detektiert der MPS eine vorbeifließende Phasengrenze zweier Stoffe durch den Unterschied der Permittivität beider Medien. Von gängigen Füllstandsensoren unterscheidet sich der MPS durch ein System von drei kapazitiv gekoppelten Elektroden. Zwei rechteckige Messelektroden werden von einer rahmenförmigen Schirmelektrode umgeben. Dieses System dreier kapazitiv gekoppelter Elektroden erzeugt ein charakteristisches Signal gekennzeichnet durch zwei Extrema. Das von Kondensatoren bekannte Stufensignal weist einen Unter- gefolgt von einem Überschwinger auf. Die Extrema treten auf, wenn sich die Phasengrenze an zwei spezifischen Punkten im Bereich des Sensors befindet. Dadurch ermöglicht der Sensor eine sehr präzise Positionsbestimmung der Phasengrenze an zwei Stellen und dadurch auch die Bestimmung der Flussrate mit nur einem Sensor.

Die Vorteile der neuen Sensorgeometrie gegenüber den bisher verwendeten Lichtschrankensystemen werden sowohl durch Simulationen wie auch durch Messungen bestätigt, die sowohl die Geometrieparameter der Elektroden, als auch die Lage des Sensors zum Kanal und die elektrischen Materialeigenschaften der Flüssigkeit betrachten. Die Signalcharakteristik ist für die kontaktfreie, präzise Positionsbestimmung von Flüssigkeitssäulen in Mikrokanälen optimiert und der Sensor ist für ein breites Spektrum permittiver und gering leitfähiger Flüssigkeiten einsetzbar.

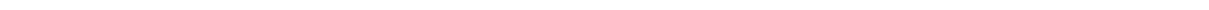
Zusammenfassend stellt diese Dissertation eine robuste und präzise messende elektrische Sensorkonfiguration vor, die im Vergleich zu herkömmlichen Messverfahren wie Lichtschranken oder in der Kartusche integrierten Elektroden einige Vorteile aufweist: minimierter Platzbedarf unter der Kartusche, berührungslose Messung, geeignet für opake Kartuschen, kombinierte und präzise Messung der Fluidposition ($\pm 50\mu m$) und Geschwindigkeit ($< 2\%$), kostengünstige Fertigung, Kalibrierung basierend auf Geometriefaktoren und dadurch eine einfache Montage. Darüber hinaus lässt sich die Messgenauigkeit durch Geometrieparameter der Elektrodenanordnung an die Lage des Sensors zur Kartusche anpassen.



Inhaltsverzeichnis

Abstract	iv
Kurzfassung	v
1 Einleitung	1
2 Mehrphasenmikrofluidik	5
2.1 Strömungsformen in Mikrokanälen	6
2.2 Grenzflächeneffekte zur Beschreibung von Phasengrenzen	8
2.3 Morphologie der Phasengrenze segmentierter Strömungen	10
3 Sensoren in der Mikrofluidik	13
4 Grundlagen kapazitiven Messens	17
4.1 Kondensatoren	18
4.1.1 Stromfluss durch einen Kondensator	18
4.1.2 Ersatzschaltbild des realen Kondensators	22
4.2 Impedanzmessung	26
4.2.1 Messen der Impedanz und der Übertragungsfunktion	26
4.3 Elektrisches Feld in Materie	28
4.3.1 Polarisierung und Leitfähigkeit	28
4.3.2 Komplexe relative Permittivität	30
4.3.3 Ausbreitung elektrischer Felder in Materie	32
4.3.4 Berechnung elektrischer Felder in Materie	35
5 Aufbau des Sensors und Messstandes	43
5.1 Das Sensorkonzept	43
5.1.1 Aufbau und Herstellung des Sensors	43
5.1.2 Geometrie der Elektroden	46
5.2 Das Messsystem	48
5.2.1 Die Mess- und Regelinstrumente	48
5.2.2 Die Messzelle	50
5.2.3 Das Impedanzspektrometer	56
5.2.4 Die optische Messung der Phasengrenze	58
5.3 Der Arbeitspunkt des Moving Plug Sensors	62
5.4 Modellierung und Simulation	67
6 Charakterisierung des Kapazitätsverlaufs des Moving Plug Sensors	71
6.1 Kapazitätsverlauf des Moving Plug Sensors	72
6.1.1 Das Signal	72
6.1.2 Die Feldverteilung	76

6.1.3	Positionsverhalten des Moving Plug Sensors	81
6.1.4	Der Moving Plug Sensor als Kantenfilter	83
6.1.5	Ausrichtung des Moving Plug Sensors zum Kanal	85
6.2	Simulation des Moving Plug Sensors	88
6.2.1	Vergleich der Simulation mit Messungen	89
6.2.2	Ursachen für Unterschiede der Kapazitätswerte	93
6.2.3	Ursachen für Unterschiede im Positionsverhalten	97
6.3	Zusammenfassung	99
7	Einflussfaktoren auf die Signalform des Moving Plug Sensors	101
7.1	Einfluss der Sensorgeometrie	102
7.1.1	Abstand und Breite der Elektroden	102
7.1.2	Abstand der Schirmelektrode und Justage der Position	109
7.1.3	Geometrie und Anzahl der Messelektroden	113
7.1.4	Zusammenfassung	118
7.2	Einfluss der elektrischen Eigenschaften der Flüssigkeit	119
7.2.1	Leitfähigkeit	119
7.2.2	Permittivität	124
7.2.3	Zusammenfassung	128
7.3	Toleranzen in der Positionierung des Sensors	129
7.3.1	Seitliche Verschiebung	129
7.3.2	Einfluss von kleinen Abstandsabweichungen und Verkipfung des Sensors bei der Montage	133
7.3.3	Einfluss der Dicke der Deckelfolie	139
7.3.4	Zusammenfassung	143
8	Zusammenfassung und Ausblick	145
A	Fehlerquellen	151
A.1	Genauigkeit des Messaufbaus	151
A.2	Genauigkeit der örtlichen Auflösung	152
A.3	Genauigkeit der Simulation	155
A.3.1	Gitterstudie	156
A.3.2	Feldraumstudie	157
B	Software	159
B.1	Software zur Steuerung der Messung	159
B.2	Software zur Auswertung der Messung	161
C	Glossaries	163
C.1	Lateinische Symbole	163
C.2	Griechische Symbole	164
C.3	Abkürzungen	165
C.4	Abbildungsverzeichnis	166
C.5	Tabellenverzeichnis	168
	Bibliography	169





1 Einleitung

In einem Rückblick auf das 19. Jahrhundert heißt es, „ein großes Jahrhundert liegt hinter uns - das größte vielleicht seit Beginn unserer Zeitrechnung“. In der Blütezeit der Industrialisierung drehte sich noch alles um die großen Maßstäbe. Seit in den 1960er-Jahren die Mikroelektronik aufgekommen ist, rückt der Schwerpunkt der Forschung mehr und mehr auf die kleinen Strukturen, die Mikrotechnologien.

Ein wichtiger Teilbereich der Mikrotechnologien ist die Mikrofluidik. Flüssigkeiten werden durch Pumpen, Ventile, Mixer und Filter in Mikrokanälen geführt. Die Kanäle haben typischerweise einen Durchmesser von einigen 100 Mikrometern bis hinunter in den Sub-Mikrometerbereich. Ziel der Forschung ist es, auf kleinstem Raum ganze Laborabläufe unterzubringen. Durch die kleinen Abmessungen treten neue Phänomene auf und es gelten andere physikalische Gesetze¹. Große spezifische Oberflächen ermöglichen einen besseren Wärme- oder Stoffaustausch und erhöhen damit die Effizienz chemischer oder biologischer Reaktionen. Die einfache Sicherstellung laminarer Flussbedingungen ermöglicht den parallelen Transport mehrerer Flüssigkeiten in einem Kanal. Damit bietet die Mikrofluidik ein innovatives Werkzeug um teure und aufwändige Laborprozesse durch Miniaturisierung zu optimieren. Solche Systeme, mit der Größe einer Scheckkarte, werden als Lab-on-a-Chip Systems (LOCs) oder auch als mikrofluidische Analysesysteme μ TAS (vgl. Micro Total Analysis Systems) bezeichnet². Anwendungen finden sich hier sowohl in der klassischen Chemie, der Katalysatorforschung, als auch besonders in den Lebenswissenschaften³⁻⁶.

In den letzten Jahren lag der Schwerpunkt auf der Entwicklung der nötigen Komponenten, wie Mikropumpen⁷, Mikromixer⁸ und Mikroventile⁷, um kleinste Probenmengen in mikrofluidischen Systemen zu analysieren. Mit dem wachsenden Wissen um mikrofluidische Phänomene und Techniken beginnt nun der Übergang von laborbetriebenen Systemen zu kommerziell erhältlichen Systemen. Dadurch entstehen neue Aufgabenstellungen, die bisher in der Forschung kaum Beachtung fanden.

Aus mikrofluidischer Sicht besteht ein chemisches Verfahren oder biologisches Assay aus einer Vielzahl einzelner fluidischer Prozesse, die in einer komplexen Routine zusammengefasst sind. Zyklische Unterprozesse erfordern dabei ein wiederholtes Durchlaufen von Teilstrukturen auf den mikrofluidischen Kartuschen. Dabei müssen sehr kleine Probenvolumina (Flüssigkeitssäulen, engl. fluidplugs) im Bereich von wenigen Mikrolitern über vergleichsweise lange Strecken transportiert werden. Das zeitliche Zusammenspiel mehrerer Komponenten ist hierbei von zentraler Bedeutung. Wird eine Flüssigkeitssäule z.B. teilweise über ein Heizelement hinaus gepumpt, kommt es zu einer ungleichmäßigen Erwärmung. Bei einer DNS-Vervielfältigung (PCR) ist die Temperatur der Probe ausschlaggebend für die Vervielfältigung der in der Probe enthaltenen DNS. Durch ungleichmäßige Erwärmung kann z.B. die Vervielfältigung eines Virus-DNS-Strangs zu gering ausfallen und eine vorhandene Krankheit bliebe unentdeckt.

Der naheliegende Ansatz, exaktere Pumpen oder Sensoren zur Pumpratenüberwachung zu entwickeln, trägt der Problematik nicht im vollen Umfang Rechnung.

Damit die entwickelten fluidischen Systeme z.B. für mobile Diagnostik (Point-of-Care-Diagnostik) an Patienten eingesetzt werden können, müssen die Kosten für mikrofluidische Kartuschen bei wenigen Cent pro Stück liegen, um neben der schnelleren Diagnose im Optimalfall auch einen Kostenvorteil gegenüber einem vergleichbaren Laborprozess zu erzielen.

Die damit einhergehenden Fertigungstoleranzen machen einen laufzeitgesteuerten Ablauf basierend auf Vorgaben für Volumen und Flussrate unmöglich. Allein durch Fertigungstoleranzen der Mikrokanäle und Temperaturschwankungen erreicht selbst bei exakt gleicher Pumprate und Pumpdauer eine Flüssigkeitssäule nicht zuverlässig die gleiche Position auf nominell gleichen Kartuschen oder in Wiederholungsmessungen.

Um dennoch ein exaktes Arbeiten der komplexen mikrofluidischen Analysesystemen garantieren zu können, muss eine maßgeschneiderte Art von Sensoren entwickelt werden. Diese überwachen z.B. den Fluss direkt an kritischen Stellen und steuern über einen Regelkreis die Aktivität der mikrofluidischen und aktorischen Komponenten des Systems. Für Anwendungen in denen kleine, begrenzte Volumina prozessiert werden, kann zur Positionskontrolle die Grenzfläche zwischen der Flüssigkeitssäule und dem Umgebungsmedium (z.B. Luft) detektiert werden. Verwendung finden hier z.B. bereits Lichtschranken. Diese detektieren den Füllstand über die brechungsabhängige Reflexion des Laserlichts an der Kanalwand. Als optisches System ist die Anwendung auf transparente Kartuschen beschränkt. Gerade im chemischen oder biologischen Bereich wird vermehrt z.B. auf PEEK zurückgegriffen, welches nicht transparent ist. Weitere Probleme ergeben sich durch die Kanalfertigung. Die Oberflächenrauigkeit gefräster Kanäle beeinflusst die Detektierbarkeit. Auch Vorbenetzungen können nachfolgende Flüssigkeitssäulen maskieren.

Das Ziel dieser Arbeit ist die Entwicklung eines neuen Sensorkonzepts zur direkten Überwachung von Flüssigkeitssäulen in mikrofluidischen Anwendungen, insbesondere im Hinblick bisher am Institut verwendeter optischer Flusskontrollen durch einzelne Lichtschranken und deren Einschränkungen in der Verwendbarkeit. Im Rahmen der Entwicklung des Sensors zur Flüssigkeitsüberwachung sollen daher folgende Aspekte berücksichtigt werden:

- der Sensor ist ein wiederverwendbarer Bestandteil der Analyseeinheit,
- der Sensor ist sensitiv für Flüssigkeiten mit unterschiedlichen Eigenschaften,
- der Sensor ist tolerant gegenüber Montageabweichungen zur Kartusche,
- der Sensor lässt sich einfach und stabil montieren.

Um diese Anforderungen umsetzen zu können, wird der Ansatz der kapazitiv gekoppelten, kontaktfreien Leitfähigkeitsmessung, kurz C^4D als Messprinzip zugrunde gelegt⁹. Bei der kontaktfreien Leitfähigkeitsmessung befinden sich die Messelektroden außerhalb des Kanals. Dies bietet den Vorteil, dass eine Degeneration der Elektroden durch die Testsubstanz unterbunden wird. Im Fall eines Sensors zur Flüssigkeitsüberwachung ist es dadurch möglich, den Sensor als Bestandteil der Analyseeinheit zu konzeptionieren.

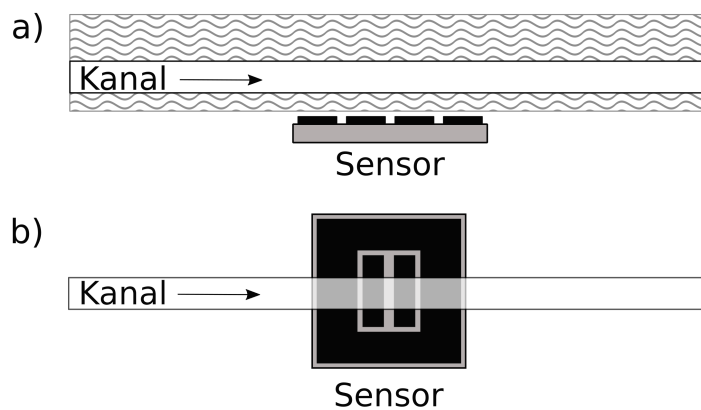


Abbildung 1.1.: Schematische Darstellung der seitlichen Ansicht (a) und der Aufsicht (b) des MPS unter einer mikrofluidischen Kartusche.

Erste Versuche am Fraunhofer ICT-IMM mit einem kommerziell erhältlichen Gerät zur Kapillarelektrophorese von eDAQ Pty. Ltd. zeigten einen vielversprechenden Signalverlauf. Aufbauend darauf wird im Rahmen dieser Arbeit der **Moving Plug Sensor (MPS)** mit einer neuen Sensorgeometrie entwickelt und untersucht (Abb. 1.1). Das Signal des MPS zeigt einen neuen Verlauf mit zwei charakteristischen Extrema. Das konventionelle Stufensignal wird von einem Unterschwinger überlagert, dem eine Signalüberhöhung folgt. Das Verständnis der Herkunft dieser Signalcharakteristika ist Ziel dieser Arbeit. Darauf aufbauend soll der Effekt für die Positionsbestimmung mikrofluidischer Volumen optimiert werden. Es werden dazu sowohl Messungen als auch Simulationen durchgeführt.

Gliederung der Arbeit

In dieser Arbeit wird eine neue Verwendung für koplanare, elektrische Sensoren zur Detektion von Phasengrenzen in Mikrokanälen vorgestellt. Auch die Anordnung und Anbringung der Elektroden weist signifikante Unterschiede zu gängigen koplanaren Sensoren auf. In der Literatur finden sich überwiegend Sensoren die entweder direkt im Kanal verbaut sind oder Bestandteil einer Kanalwand sind. Die in der Literatur vorgestellten Elektrodengeometrien bestehen meist aus zwei rechteckigen Elektroden, interdigitalen Elektrodenarrays oder konzentrischen Elektroden. Es existieren keine Veröffentlichungen die dem MPS in Verwendung und Geometrie direkt ähnlich sind. Die zugrunde liegende C^4D Messmethode ist hingegen vielfach untersucht.

Kapitel 2 gibt zunächst einen Überblick über Phasengrenzen in Mikrokanälen. Es wird auf die Morphologie der Phasengrenze bei Bewegung durch den Mikrokanal und die Auswirkung auf die Verwendbarkeit des entwickelten Sensor eingegangen.

In Kapitel 3 wird daher zunächst eine Übersicht gängiger Flusssensoren, die in der Mikrofluidik verwendet werden, gegeben. Auch wird die Entwicklung der C^4D Messmethode für mikrofluidische Geräte kurz dargestellt.

In Kapitel 4 werden die notwendigen theoretischen Grundlagen zum Verständnis des kapazitiven Messens vorgestellt. Dazu zählt zum einen die Funktionsweise des Kondensators, zum anderen werden die elektrischen Parameter der Permittivität und Leitfähig-

keit vorgestellt. Für das Verständnis der Signalentstehung wird auch auf die Ausbreitung des elektrischen Feldes an Grenzflächen eingegangen. Abschließend werden Verfahren zur Simulation der Feldverteilung vorgestellt.

Kapitel 5 behandelt den Sensoraufbau und die Messmethoden. Das Kapitel gliedert sich in drei Teile, zunächst werden der Aufbau des Sensors und die verwendeten Elektrodengeometrien behandelt. Anschließend wird auf das Zusammenspiel der Mess- und Regelinstrumente eingegangen und die Konstruktion der Messzellen diskutiert. Hier wird auch die eigens entwickelte Software zur Ansteuerung der kapazitiven und optischen Messung vorgestellt. Zuletzt werden die in der Simulation verwendeten Modelle des Sensors vorgestellt und die Simulationsparameter aufgeführt.

In Kapitel 6 wird das charakteristische Signal des MPS vorgestellt und anhand von Simulationen der Feldverteilung diskutiert. Daraus ergibt sich eine direkte Korrelation der Position der Phasengrenze relativ zum Sensor und der charakteristischen Extrema im Signal. Dieser Zusammenhang wird anhand von Messungen dargestellt. Es zeigt sich, dass der Sensor mit einem aus der Bildverarbeitung bekannten Kantendetektionsfilter verglichen werden kann. Im zweiten Teil des Kapitels wird das gemessene Signal mit simulierten Verläufen verglichen. Hier zeigen sich Unterschiede in der absoluten Kapazität sowie in der Position der Extrema relativ zum Sensor. Die Ursachen der Abweichungen werden diskutiert und es lässt sich zeigen, dass mittels Simulation, im Rahmen der nötigen Vereinfachungen am Modell, die Messungen sehr gut wiedergegeben werden können. Im Bezug auf das Positionsverhalten stellen die Simulationen einen Idealfall da. Dieser lässt sich allerdings auch in den Messungen einfach erreichen, wenn der Sensor mit hinreichender Anpresskraft gegen die Kartusche gedrückt wird, um undefinierte zusätzliche Luftspalte und Verkippungen des Sensors zu vermeiden.

Das Kapitel 7 zeigt durch welche Parameter sich das Messsignal beeinflussen lässt. Im ersten Teil wird auf den Einfluss der Geometrie der Elektroden eingegangen. Neben den Abständen der Elektroden zueinander, werden auch Geometrien mit unterschiedlichen Anzahlen an Elektroden behandelt. Im zweiten Teil werden die Eigenschaften der Flüssigkeit verändert und der Einfluss auf das Signal betrachtet. Die relevanten Eigenschaften sind die Leitfähigkeit und elektrische Permittivität. Zuletzt werden Messungen vorgestellt zur Ausrichtung des Sensors bzgl. des Kanals. Einer der betrachteten Parameter ist die Verschiebung in der Ebene des Sensors, sodass die Elektroden nicht zentriert unter dem Kanal liegen. Des Weiteren kann der Sensor unterschiedliche Abstände zum Kanal aufweisen bedingt durch den Einbau oder die Wandstärke der verwendeten Kartusche. Eine einfache Montage des Sensors erfordert hier große Toleranz.

Kapitel 8 fasst die Ergebnisse zusammen und gibt einen Überblick über die Hauptmerkmale des MPS. Es wird zudem dargestellt welche weiteren Betrachtungen nötig sind.

Im Anhang befinden sich die Fehlerbetrachtungen der Positionsmessungen und der Simulationen. Die optische Referenzmessung der Position der Phasengrenze liefert ein messbedingte Unsicherheit in der Position. Auch die in der Simulation gewählten Parameter können, wenn nicht optimal gewählt, zu einer Vergrößerung der Abweichung zur Messung beitragen. Hier werden daher Daten vorgestellt, die als Grundlage für die in der Simulation gewählten Parameter dienen. Zum Anderen werden hier die zentralen Routinen der Mess- und Auswertesoftware wiedergegeben.

2 Mehrphasenmikrofluidik

Der in dieser Arbeit untersuchte mikrofluidische Sensor detektiert die Phasengrenze zwischen zwei Medien unterschiedlicher Permittivität in einem mikrofluidischen Kanal.

Phasengrenzen können sich in Gemischen von Gas und Flüssigkeit, Gas und Feststoff sowie Flüssigkeit und Feststoff ausbilden. Zudem bilden sich zwischen zwei nicht mischbaren Flüssigkeiten Grenzflächen aus, die sich in den nachfolgend betrachteten Anwendungen wie Phasengrenzen verhalten. Streng genommen handelt es sich dabei nicht um unterschiedliche Phasen, da beide Stoffe im gleichen Aggregatzustand vorliegen. Die Begriffe *Fluid* und *Phase* werden daher wie folgt verstanden:

Fluid bezeichnet das Medium, unabhängig von seinem Aggregatzustand. Daher kann sowohl ein Gas, als auch eine Flüssigkeit oder ein Feststoff als Fluid verstanden werden.

Phase bezeichnet voneinander getrennte Bereiche nicht mischbarer Fluide. Dabei werden auch Fluide gleichen Aggregatzustands als Phasen bezeichnet, wenn sich zwischen ihnen auf Grund der mangelnden Mischbarkeit eine Grenzfläche ausbildet. Ein Beispiel für nicht mischbare Flüssigkeiten ist z.B. ein Öl-Wasser-Gemisch.

An der Phasengrenze ändern sich die Stoffgrößen, wie z.B. der Aggregatzustand, die Dichte oder die elektrische Permittivität von den Werten der Phase 1 zu den Werten der Phase 2 sprunghaft.

Da es sich bei dem MPS um einen kapazitiven Sensor handelt, misst er Änderungen der Permittivität an Phasengrenzen. Der MPS misst die Permittivität der Phasen, die sich im sensitiven Bereich befinden. Befindet sich nur eine Phase im Messbereich, wird eine konstante Permittivität gemessen. Sobald sich eine Phasengrenze so über den Sensor bewegt, dass sich die Verteilung der Phasen im Messbereich zeitlich ändert, registriert der MPS eine Änderung der Kapazität. Voraussetzung für den Einsatz des MPS ist also eine mit der Strömung der Phasen durch den Mikrokanal verbundene Kapazitätsänderung. Eine solche Strömung wird als Mehrphasenströmung bezeichnet. Der einfachste Fall ist die sogenannte Zweiphasenströmung^{10–12}. Die Experimente und Simulationen in dieser Arbeit wurden an Zweiphasenströmungen, bestehend aus Gas und Flüssigkeit durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Arbeit lassen darauf schließen, dass der MPS auch bei mehr als zwei Phasen angewendet werden kann, auch flüssig-flüssig Phasenübergänge sind detektierbar.

Die Verteilung und Form der Phasengrenzen im Mikrokanal ist relevant für die Anwendbarkeit und Messgenauigkeit des MPS. Im Folgenden werden die unterschiedlichen Verteilungen (Topologien) und Formen (Morphologien) der Phasengrenze in der Mikrofluidik vorgestellt. Es wird jeweils darauf eingegangen, inwieweit der MPS für diese Situationen einsetzbar ist.

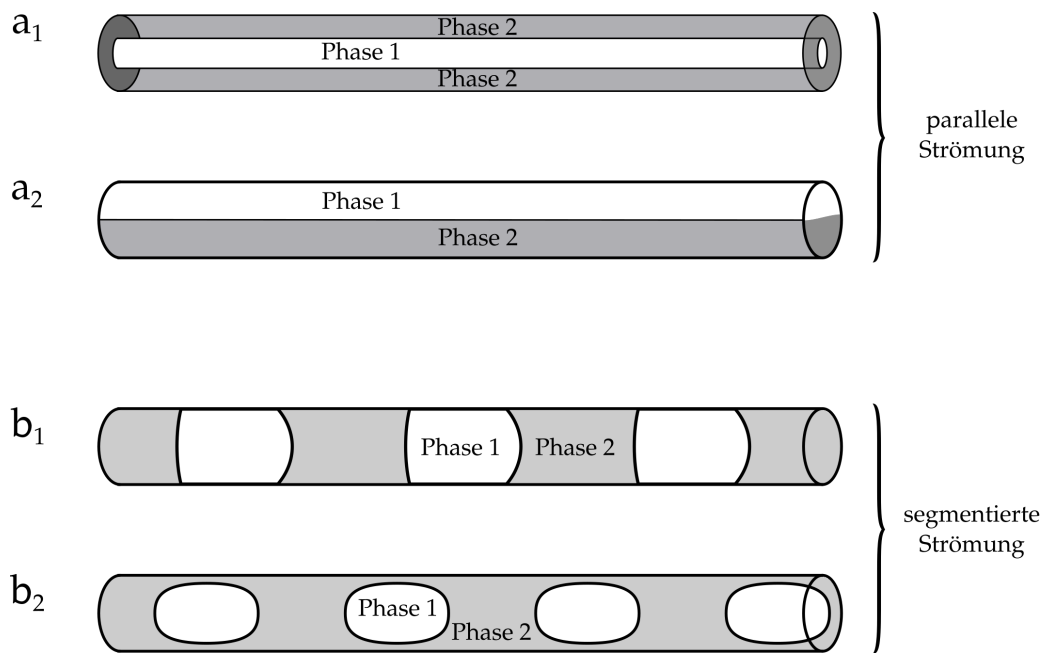


Abbildung 2.1.: Schematische Darstellung der Strömungsformen durch eine mikrofluidische Kartusche: a) paralleler Fluss zweier Phasen, als eingeschlossene Strömung der Phase 1 in Phase 2 oder als geteilte Strömung von Phase 1 neben Phase 2 b) segmentierter Fluss zweier Phasen, als Slug-Strömung oder Tropfen- bzw. Blasenströmung.

2.1 Strömungsformen in Mikrokanälen

Mehrphasenströmungen können anhand der beteiligten Phasen und deren Strömungsform charakterisiert werden. Im Folgenden werden die Strömungsformen betrachtet.

Die Strömungsform charakterisiert die Verteilung der Phasen im Strömungsbereich und wird auch als Topologie der Phasen bezeichnet. Abhängig von der Wechselwirkung zwischen Grenzflächenspannung, Trägheitskräften und der Viskosität der Fluide, stellen sich verschiedene Verteilungen der Phasen entlang des Strömungsbereichs ein. Die Bezeichnungen sind abgeleitet von den Strömungsformen in makroskopischen Kanälen, jedoch findet man in der Literatur mehrere Bezeichnung für gleiche Strömungsformen¹³. In Abbildung 2.1 sind einige der für die praktische Anwendungen interessanten Strömungsformen skizziert. Die Phasen in einem mikrofluidischen Kanal können entweder vertikal (Abb. 2.1 a) oder horizontal (Abb. 2.1 b) entlang der Flussrichtung angeordnet sein^{10,14,15}. Der erste Fall wird als parallele Mehrphasenströmung und der zweiten Fall als segmentierte Mehrphasenströmung bezeichnet.

Parallele Mehrphasenströmung

Abbildung 2.1 a zeigt die möglichen Anordnungen der Fluide bei paralleler Mehrphasenströmung. Die Phasengrenze verläuft hier parallel zur Strömungsrichtung^{16,17}.

Eine ringförmige Strömung kann sich z.B. in runden Mikrokanälen bilden (Abb. 2.1 a₁). Dabei fließt eine Phase in der Mitte des Kanals und ist ringförmig von der zweiten Phase umgeben. Diese Strömungsform wird u.a. zum Transport von nicht löslichen Partikeln eingesetzt^{18,19}. Die mittlere Phase hat keinen Kontakt zur Kanalwand, sodass eine Reaktion mit der Kanalwand verhindert wird.

Die zwei Phasen können auch jeweils in einer Hälfte des Kanals fließen, wie in Abbildung 2.1 a_2 skizziert. Anwendung findet diese Strömungsform wegen der sehr großen Kontaktfläche zwischen den beiden Fluiden z.B. für chemische Reaktionen oder das sortieren von Partikeln^{20–22}.

Bei einer ideal parallel zur Flussrichtung verlaufenden Phasengrenze ist die Permittivitätsverteilung entlang der Strömungsrichtung konstant. Fließt eine solch ideale Strömung über den MPS, zeigt das Sensorsignal eine konstante Kapazität. In realen Situationen kann die Phasengrenze Wellenbewegungen quer zur Strömungsrichtung aufweisen. Dadurch verändert sich der Anteil beider Phasen im Messbereich und der MPS kann die Schwankung der Permittivität messen. In diesem Fall ist zu erwarten, dass das Signal des MPS Informationen über die Geschwindigkeit und Gleichmäßigkeit der Wellenbewegung, sowie über die prozentuale Verteilung beider Phasen quer zum Kanal liefert. Dieser Fall wurde jedoch in der vorliegenden Arbeit nicht untersucht.

Segmentierte Mehrphasenströmung

Eine weitere Strömungsform, die segmentierte Strömung, ist in Abbildung 2.1 b skizziert^{23,24}. Die Segmente der Probenflüssigkeit sind dabei wie die Perlen einer Kette aufgereiht. Voneinander getrennt werden die Segmente der ersten Phase durch die zweite Phase. Je nach Konfiguration benetzen entweder beide Phase die Kanalwand, oder die erste Phase wird vollständig von der zweiten Phase umgeben.

Liegt eine Zweiphasenströmung aus Flüssigkeit und Gas vor, wird diese auch als Blasenströmung bezeichnet. Die Blasen können zum einen als Segmente zwischen flüssigen Slugs auftreten, oder als Gasblasen umgeben von der flüssigen Phase.

Eine Strömung zweier nicht mischbarer Flüssigkeiten kann als Slug- oder Tropfenströmung vorliegen. Bei der Slugströmung liegen beide Phasen als abgeschlossene Segmente vor, die sich hintereinander reihen. Bei der Tropfenströmung bildet die Probenflüssigkeit Tropfen, die vollständig von der anderen Flüssigkeit umgeben sind. In Abhängigkeit von der Entstehung der Tropfen und vom Kanalquerschnitt liegt das Volumen zwischen einigen Pikolitern und mehreren hundert Nanolitern. Jeder Tropfen fungiert als eigenständiges, abgeschlossenes Reaktionsgefäß. Daraus resultieren einige Vorteile, wie z.B. der reduzierte Probenverbrauch und die reduzierte Diffusionszeit sowie schnellere Reaktionszeiten^{25,26}. Die Form und Größe der Tropfen lässt sich gut kontrollieren, sodass reproduzierbare Reaktionsbedingungen herrschen. Da die Reaktionen in allen Tröpfchen quasi zeitgleich ablaufen, ermöglicht die tropfenbasierte Mikrofluidik z.B. die Parallelisierung chemischer Reaktionen. Die tropfenbasierte Mikrofluidik findet auch Anwendung in LOCs für biochemische Assays²⁷, wie z.B. zur Analyse von DNA²⁸, Zellen²⁹ oder Organismen³⁰, aber auch bei der Proteinkristallisation³¹ und bei chemische Analysen³².

Da in diesen Fällen die Phasengrenzen durch den Kanal wandern, kann der MPS grundsätzlich zur Erkennung der Phasengrenzen in diesen Strömungen eingesetzt werden.

Im Weiteren wird nun die Form der Phasengrenze für segmentierte Strömungen genauer betrachtet. Dazu werden zunächst einige Grundlagen der Grenzflächeneffekte an Phasengrenzen vorgestellt.

2.2 Grenzflächeneffekte zur Beschreibung von Phasengrenzen

In der Mikrofluidik beeinflussen neben der Kanalform vor allem die Grenzflächeneigenschaften zwischen Fluid und Kanalwand, sowie zwischen Fluid und Fluid das Verhalten der Strömung. Damit hängt auch das zeitliche Verhalten der Form der Phasengrenze zwischen den segmentierten Phasen sowohl von den Materialeigenschaften der Phasen selber, als auch den Eigenschaften der Kanalwand ab. Die Grenzflächeneigenschaften zwischen den Fluiden und der Kanalwand lassen sich über das Benetzungsverhalten der beteiligten Stoffe beschreiben. Das Benetzungsverhalten wiederum lässt sich durch Kräfte und daraus resultierende Spannungen an den Grenzflächen erklären.

Die Oberflächenspannung γ bezeichnet eine tangentielle Spannung die an der Oberfläche einer Flüssigkeit wirkt, wenn sie von einem Gas oder einer weiteren Flüssigkeit umgebenden ist. Zwischen den Molekülen einer Flüssigkeit wirken Kohäsionskräfte. Im Innern der Flüssigkeit heben sich diese Kräfte zwischen den Molekülen gegenseitig auf. Den Molekülen an der Oberfläche der Flüssigkeit fehlen die gleichartigen Nachbarn, sodass sich hier die Kohäsionskräfte nicht aufheben. Wird die Flüssigkeit von einem Gas umgeben, ist die Kohäsionskraft an der Grenzfläche in die Flüssigkeit gerichtet, da die Kohäsionskraft der Gasmoleküle vernachlässigt werden kann. An der Grenzfläche zwischen zwei Flüssigkeiten zeigt die resultierende Kraft in Richtung der Phase mit stärkeren Kohäsionskräften zwischen den Molekülen. Diese gerichtete Kraft hat eine Oberflächenspannung zur Folge. Ein Tropfen strebt im thermodynamischen Gleichgewicht danach seine Oberfläche zu minimieren und bildet im gravitationsfreien Raum eine Kugel.

Befindet sich eine Flüssigkeit auf einer festen Oberfläche, so wirkt nicht mehr nur die Kohäsionskraft. Zwischen der Flüssigkeit und der Oberfläche wirkt zusätzlich eine Adhäsionskraft, die in Richtung des Feststoffes gerichtet ist. Daher spricht man allgemein von einer Grenzflächenspannung. Die Grenzflächenspannung wird über die Arbeit definiert, die aufgewendet werden muss, um die Oberfläche der Flüssigkeit zu vergrößern. Das Verhältnis zwischen der verrichteten Arbeit ΔW und der resultierenden Oberflächenvergrößerung ΔA ist die Grenzflächenspannung.

$$\gamma = \frac{\Delta W}{\Delta A} \quad (2.1)$$

Die Grenzflächenspannung spielt eine zentrale Rolle bei der Benetzbarkeit von Oberflächen durch Flüssigkeiten. Wenn die Adhäsionskraft der Oberfläche dominiert, kommt es zu einer guten Benetzung. Ein Flüssigkeitstropfen bildet in diesem Fall ein Kugelsegment auf der Oberfläche (Abb. 2.2 a). Überwiegen hingegen die Kohäsionskräfte der Flüssigkeit, so wird die Benetzbarkeit geringer. Je weniger die Flüssigkeit die Oberfläche benetzen kann, desto mehr nimmt sie eine Tropfenform an (Abb. 2.2 b). Der Winkel zwischen der Oberfläche und dem Flüssigkeitstropfen ist ein Maß für die Benetzbarkeit. Dieser Winkel wird als Kontaktwinkel Θ bezeichnet.

Der Kontaktwinkel kann bestimmt werden, indem ein Tropfen der Phase 1 auf ein Substrat aufgebracht wird, wie in Abbildung 2.2 dargestellt. Umgeben ist der Tropfen von einer zweiten, nicht festen Phase 2. Der Tropfen benetzt das Substrat und

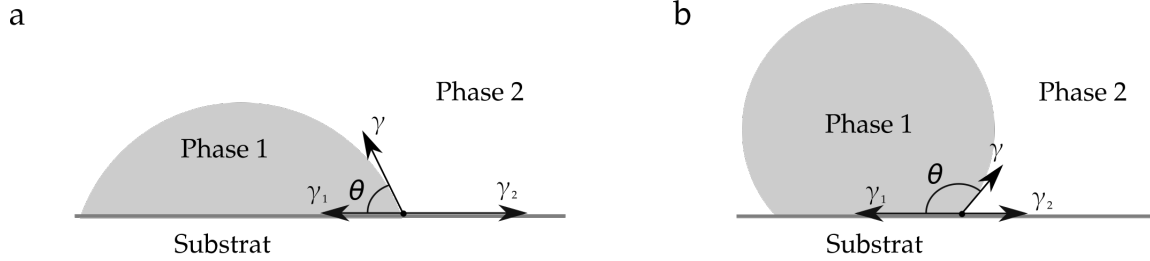


Abbildung 2.2.: Dargestellt sind die unterschiedlichen Benetzungszustände eines Tropfens auf einem festen Substrat. An dem Drei-Phasen-Punkt zwischen Phase 1, Phase 2 und dem Substrat sind die Oberflächenspannungen γ eingezeichnet. Im Gleichgewicht gilt $\gamma_2 = \gamma_1 + \gamma \cos \Theta$. Der Winkel zwischen der Kontaktlinie der Phase 1 zum Substrat und der Phase 1 zu Phase 2 wird als Kontaktwinkel Θ bezeichnet. Er ist ein Maß der Benetzbarkeit. a) zeigt eine gute Benetzbarkeit mit $\Theta < 90^\circ$ und b) eine schlechte Benetzbarkeit zwischen Tropfen und Oberfläche mit $\Theta > 90^\circ$.

bildet eine Dreiphasenkontaktlinie. An dieser Kontaktlinie ist der Kontaktwinkel Θ definiert. Der Kontaktwinkel wird zwischen der Grenzfläche von Phase 1 zu Phase 2 und der Grenzfläche von Phase 1 zum Substrat gemessen. Der Kontaktwinkel kann Werte zwischen 0° (vollständig benetzt) und 180° (vollständig entnetzt) annehmen. Thomas Young beschrieb erstmals den Zusammenhang der an den Grenzflächen des Drei-Phasen-Punkt angreifenden Kräfte mit dem Kontaktwinkel³³. Daraus abgeleitet wird heute die Young'sche Relation verwendet, die den Kontaktwinkel über die Oberflächen- und Grenzflächenspannung beschreibt:

$$\cos \Theta_s = \frac{\gamma_1 - \gamma_2}{\gamma}. \quad (2.2)$$

Der Index s steht für *static* und kennzeichnet den statischen Kontaktwinkel im Gleichgewicht. Mit γ wird die Grenzflächenspannung zwischen den zwei Phasen bezeichnet. Die Grenzflächenspannung der jeweiligen Phase zur Oberfläche wird durch γ_1 und γ_2 ausgedrückt.

Die Young'sche Relation gilt in dieser Form nur für glatte Oberflächen, mit Rauigkeiten unter $0,1 \mu m$ ³⁴. Die wesentlichen Mechanismen der Benetzung rauer Oberflächen werden von Wenzel³⁵ sowie von Cassie und Baxter³⁶ beschrieben. Die Benetzung auf rauen Oberflächen kann entweder homogen oder heterogen erfolgen.

Nach Wenzel dringt der Tropfen in die Vertiefungen der Oberfläche ein und benetzt diese homogen. Die Young'sche Relation wird um den Rauigkeitsfaktor r_W erweitert

$$\cos \Theta_W = r_W \cdot \cos \Theta_s. \quad (2.3)$$

Der Faktor r_W ist das Verhältnis der effektiven Oberfläche A_W , die der Tropfen tatsächlich benetzt, zu der geometrischen Oberfläche A_G . Für einfache Strukturen lässt sich der Faktor berechnen. Nach dem Wenzelschen Gesetz wird die Benetzung auf bereits benetzbaren Oberflächen verbessert und auf schlecht benetzbaren Oberflächen weiter verschlechtert.

Das Modell von Cassie und Baxter beschreibt die Benetzung superhydrophober oder ultrahydrophober Oberflächen. Dabei liegt der Tropfen nur auf den Spitzen der rauen

Oberfläche, dazwischen bilden sich Lufteinschlüsse; der Tropfen benetzt die Oberfläche somit heterogen. Die Young'sche Relation wird hier durch die Flächenanteile zwischen der Flüssigkeit, Luft und Oberfläche korrigiert

$$\cos \Theta_{CB} = \phi \cdot (\cos \Theta_s + 1) - 1 \quad (2.4)$$

mit ϕ als Kontaktfläche zwischen Flüssigkeit und Oberfläche. Für schlecht benetzbare Oberflächen ($\Theta > 90^\circ$) erhöht auch nach dem Cassie-Baxter Modell die Rauigkeit, bzw. der Anteil eingeschlossener Luft, den Kontaktwinkel. Sowohl das Modell nach Wenzel, wie auch das Modell nach Cassie-Baxter beschreiben dynamische Benetzungsvorgänge, wie das Abrollen eines Tropfens auf rauer Oberfläche, noch nicht vollständig.

Zur Beschreibung der Benetzung auf rauen Oberflächen kann das Wenzelsche Gesetz verwendet werden. Bei ultrahydrophoben, rauen Oberflächen liefert das Modell nach Cassie-Baxter bessere Ergebnisse.

Auch für die Beschreibung der Morphologie der Phasengrenzen bei segmentierten Strömungen ist der statische Kontaktwinkel nicht immer ausreichend. Bei der Messung des Kontaktwinkels viskoser Flüssigkeiten muss die Relaxationszeit berücksichtigt werden. Der Tropfen benötigt einige Zeit, bis der Kontaktwinkel im Gleichgewicht gemessen werden kann. Bewegt sich der Tropfen, z.B. indem er vergrößert und wieder verkleinert wird, so stellt sich eine Kontaktwinkelhysterese ein. Der Winkel verhält sich bei voranschreitender Kontaktlinie anders, als bei sich zurückziehender Kontaktlinie. Die Viskosität ruft Reibungseffekte hervor, wodurch die Phasengrenze deformiert wird. Durch die Strömung wirken auch im Mikrokanal deformierende Reibungskräfte auf die Kontaktlinie. Neben der Viskosität hängen die Reibungskräfte auch von der Strömungsgeschwindigkeit ab. Dem versucht die Oberflächenspannung entgegenzuwirken um die Oberfläche zu minimieren.

Als eine Größe zur Beschreibung des Verhaltens von Phasengrenzen zwischen viskosen flüssigen und gasförmigen Phasen wird die Kapillarzahl verwendet. Sie ist eine dimensionslose Zahl und wird definiert als das Verhältnis der Viskosität der Phase zur Grenzflächenspannung an der Grenzfläche.

$$Ca = \frac{\eta V}{\gamma} \quad (2.5)$$

mit η als dynamische Viskosität der Flüssigkeit, V als charakteristische Geschwindigkeit und γ als Grenzflächenspannung.

2.3 Morphologie der Phasengrenze segmentierter Strömungen

Eine ideale Phasengrenze in einem runden Mikrokanal hat die Form eines Kugelschalenabschnitts, wie in Abbildung 2.3 a skizziert. Der Kontaktwinkel zwischen den Phasen und der Kanalwand bestimmt dabei die Krümmungsrichtung der Phasengrenze.

Untersuchungen an flüssig-flüssig Zweiphasenströmungen werden häufig mit wässrigen Phasen und Öl-Phasen durchgeführt^{12,37,38}. Auf hydrophoben Oberflächen bildet Wasser einen Kontaktwinkel größer 90° . Das Wasser benetzt die Oberfläche schlecht und es bildet sich ein konkaver Übergang von der wässrigen Phase zur Öl-Phase. In

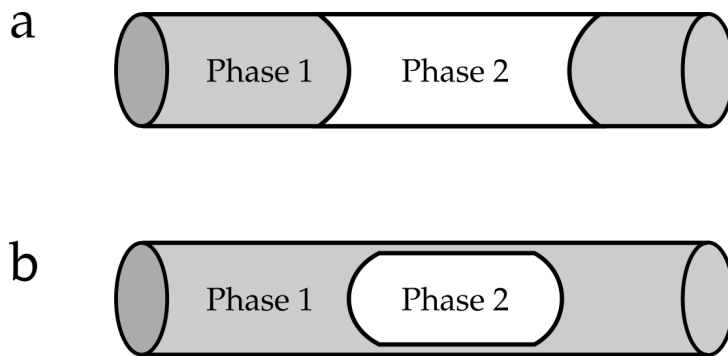


Abbildung 2.3.: Schematische Darstellung der Strömungsformen segmentierter Strömungen. a) beide Phasen benetzen die Kanalwand, b) die Probenflüssigkeit (Phase 2) liegt als Tropfen umgeben von einer weiteren Phase (Phase 1) vor.

Abbildung 2.3 a entspricht Phase 1 der wässrigen Phase und Phase 2 der Öl-Phase. Hydrophile Oberflächen werden gut von Wasser benetzt, jedoch schlecht von Öl. Es bildet sich eine konvexe Phasengrenze zwischen der wässrigen und der Öl-Phase. Hierbei entspricht Phase 1 aus Abbildung 2.3 a der Öl-Phase und Phase 2 der wässrigen Phase.

In Abbildung 2.3 a benetzen beide Phasen die Kanalwand. Diese Strömungsform liegt vor, wenn die Oberflächenspannung zwischen den Phasen und der Kanalwand gegenüber hydrodynamischen Effekten dominiert (2.3 a). Die Kapillarzahl ermöglicht eine Abgrenzung dieser Strömungsform gegenüber der Strömungsform aus Abbildung 2.3 b. Für sehr kleine Kapillarzahlen dominiert die Oberflächenspannung und es stellt sich eine Strömung nach Abbildung 2.3 a ein.

Für Kapillarzahlen zwischen 10^{-4} und 10^{-2} bildet sich zunehmend ein dünner Film der einen Phase um die Segmente der zweiten Phase³⁷. Es bilden sich Tropfen wie in Abbildung 2.3 b skizziert. Die Tropfen können dabei teilweise noch Kontakt zur Kanalwand aufbauen, je nach Stabilität des Flüssigkeitsfilms der sie umgibt. In hydrophoben Mikrokanälen schließt die Öl-Phase die wässrige Phase ein und es bilden sich Wassertropfen. Umgekehrt ist es in hydrophilen Kanälen, hier bilden sich Öltröpfchen in der wässrigen Phase.

Phasengrenzen zwischen flüssigen und gasförmigen Phasen lassen sich wie im Fall zweier Flüssigkeiten über den Kontaktwinkel und die Kapillarzahl beschreiben^{39,40}.

In der Mikrofluidik werden üblicherweise rechteckige Mikrokanäle verwendet. Die Phasengrenze kann hier keine ideale Kugelschalenform annehmen. An den Ecken des Kanals wird die Form der Phasengrenze deformiert. Im Falle benetzender Flüssigkeiten kann eine in den Kanal hineinlaufende Flüssigkeit z.B. schneller in den Ecken des Kanals voranfließen als im restlichen Kanal. Untersuchungen an rechteckigen Mikrokanälen durch Li⁴¹ und an offenen Kanälen durch Seemann⁴² zeigen, dass für Kontaktwinkel kleiner 45° die Flüssigkeit in den Ecken der eigentlichen Phasengrenze vorausseilt. Die Form der Phasengrenze weicht in diesem Fall stark von der idealen Form ab.

Auch die Strömungsgeschwindigkeit beeinflusst die Form der Phasengrenze. Bei einem Tropfen können z.B. die Krümmungsradien der vorderen und hinteren Phasengrenze unterschiedlich sein.

Die bisher beschriebenen Formen der Phasengrenze werden durch ideale Bedingungen hervorgerufen. Oberflächenrauigkeiten der Kanalwände können weitere Deforma-

tionen der Kontaktlinie hervorrufen. So kann es zu einer sogenannten *stick-slip* Bewegung kommen³⁷. Es bleiben Abschnitte der Kontaktlinie an der rauen Kanalwand hängen und die Phasengrenze bewegt sich nicht konstant über ihre Fläche. Die festhängenden Abschnitte bleiben zurück, bis die durch die Strömung und Oberflächenspannung wirkende Kraft die Adhäsion überwindet und sie sich sprunghaft lösen. Ist die Oberflächenspannung jedoch zu schwach, können Teile der Flüssigkeit an der Kanalwand zurückbleiben, während sich der restliche Tropfen im Kanal weiter bewegt. Diese Restbenetzungen haben wiederum einen Einfluss auf die nachfolgende Kontaktlinie der Phasengrenze. Besonders bei flüssig-gasförmigen Strömungen können kleinste Tropfen der flüssigen Phase an der rauen Kanalwand haften bleiben. Diese Tröpfchen werden von dem nachfolgenden flüssigen Segment wieder aufgegriffen. Dabei kommt es lokal zu einer Beschleunigung der Kontaktlinie an der Stelle an der sich die Tröpfchen mit dem flüssigen Segment verbinden⁴³. Die Oberflächenrauigkeit der Kanalwand führt zu einer kontinuierlichen Veränderung der Phasengrenze, während sie sich durch den Kanal bewegt. Dabei kann sowohl die Krümmung der Phasengrenze schwanken, als auch eine Schräglage der Kontaktlinie hervorgerufen werden.

In dieser Arbeit wird die Signaländerung des MPS untersucht, die durch Vorbeifließen einer Phasengrenze hervorgerufen wird. In den Experimenten wird die Phasengrenze durch Einbringen einer Flüssigkeit in einen mit Luft gefüllten Mikrokanal realisiert. Es werden rechteckige Mikrokanäle aus PMMA verwendet. Durch die Oberflächenrauigkeit der Kanalwände verändert sich die Phasengrenze kontinuierlich, während sie den Sensor überfließt und es werden sowohl konkave, als auch konvexe Phasengrenzen beobachtet. Auch an der Kanalwand haftende Tröpfchen oder an den Kanalecken zurückbleibende Benetzungen beeinflussen die Phasengrenze in den Experimenten. Da sich in den Experimenten keine signifikante Abhängigkeit des Signals von diesen Formabweichungen der Phasengrenze zeigt, wird in den Simulationen die Phasengrenze stark idealisiert, als gerade Fläche angenommen. In den Kapiteln 5.2.2 über die Messzelle und 5.2.4 wird noch einmal genauer Bezug genommen auf die experimentellen Bedingungen des Mikrokanals und die daraus resultierenden Formen der Phasengrenze.

Aus den gewonnenen Ergebnissen lässt sich ableiten, dass mit Einschränkungen bzgl. der Genauigkeit der Detektion der Phasengrenze der MPS für viele der hier vorgestellten segmentierten Mehrphasenströmung einsetzbar ist.

3 Sensoren in der Mikrofluidik

Das Forschungsgebiet der Sensorik für mikrofluidische Systeme, wie μ TAS oder LOC, beschränkt sich weitestgehend auf die Analyse von Stoffen. Systeme wie elektrochemische Sensoren, Biosensoren und Gassensoren stehen im Fokus. Diese detektieren z.B. im Blut den Glukosegehalt und in Lebensmitteln den Laktat- oder Glutamatgehalt. An Sensoren für die Prozesskontrolle wird bisher nur selten gearbeitet. Speziell für die Kontrolle von Flüssigkeitssäulen in mikrofluidischen Anwendungen existieren noch keine kapazitiven Sensoren.

Für konstante Volumenströme werden meist thermische Flusssensoren eingesetzt^{44–46}. Das Arbeitsprinzip ist in Abbildung 3.1 skizziert. Die Flüssigkeit wird durch eine Heizfläche lokal erwärmt. Symmetrisch um die Heizfläche, in Flussrichtung, sind zwei Temperaturfühler angeordnet. Der Temperaturverlauf in der Flüssigkeit wird durch die Bewegung der Flüssigkeit derart verändert, dass an den beiden Temperaturfühlern unterschiedliche Temperaturen gemessen werden. Über die Differenz der Messwerte kann die Flussgeschwindigkeit berechnet werden. Um ein solches Temperaturprofil zu erhalten, müssen Sensoren dieser Art in Kontakt zur Flüssigkeit stehen. In diesem Bereich gibt es eine Vielzahl kommerziell erhältlicher Sensoren und kompletter Kontrolleinheiten mit integrierter Signalauswertung z.B. von der Sensirion AG oder ELVESYS⁴⁷.

Ein weiteres, weit verbreitetes Konzept bedient sich der Corioliskraft. Ein Coriolis-Durchflusssensor kann direkt den Massefluss im Kanal messen. Dazu wird ein leicht gebogener Abschnitt des Kanals in Schwingung versetzt^{45,48}. Auf Höhe der Ein- und Austrittsstellen der Biegung befinden sich Abstandssensoren außerhalb des Kanals. Solange kein Medium durch den Kanal fließt, schwingt der Kanalabschnitt gleichförmig in der Grundschwingung und das Signal der Abstandssensoren ist phasengleich. Fließt nun ein Medium durch den Kanal, kommt es durch die Trägheit der Flüssigkeit zu einer Phasenverschiebung zwischen den Abstandssensoren. Die Stärke der Phasenverschiebung ermöglicht einen direkten Rückschluss auf den Massendurchfluss. Da ein Coriolis-Durchflusssensor in den Kanal eingebaut wird, ist die Integration in eine mikrofluidische Kartusche kaum durchführbar und kostspielig.

Daneben kann auch der Druck gemessen werden, um auf die Flussrate im Kanal zurück schließen zu können⁴⁹. Druckdifferenzialsensoren nutzen die Bernoulli Gleichung um die Flussgeschwindigkeit zu bestimmen. Dazu wird eine Verengung in den Kanal eingebaut, die zu einer Druckänderung entlang des Kanals führt. Diese Druckänderung wird gemessen, sie ist proportional zum Quadrat der Flussrate. Drucksensoren sind daher zum einen stark abhängig von dem Düsenquerschnitt, aber auch von der Viskosität der Flüssigkeit. Da Temperaturschwankungen gleichzeitig auf beide Parameter wirken, wird die Messgenauigkeit hier stark beeinflusst.

Es gibt auch Ansätze zu magnetischen Messverfahren, z.B. nach dem von Faraday vorgeschlagenen magnetisch induktiven Durchflussmessverfahren⁵⁰. Ein rein mechanisches Prinzip zur Flussmessung nutzt die Schwingungseigenschaften eines Drahtes der in die Flüssigkeit ragt.

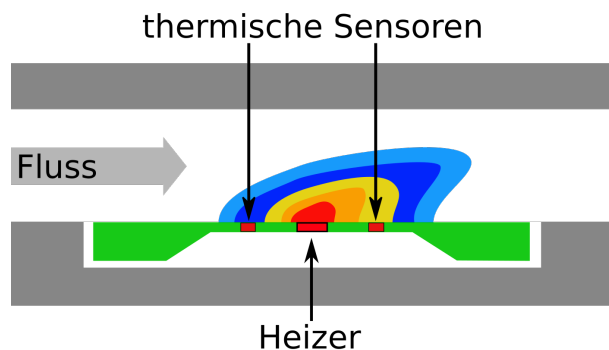


Abbildung 3.1.: Arbeitsprinzip der thermischen Sensoren. Zur Bestimmung der Flussgeschwindigkeit wird die Flüssigkeit lokal erwärmt und mit symmetrisch um die Heizfläche angeordneten Temperaturfühlern an zwei Stellen im Kanal gemessen. Durch den Unterschied in den zwei gemessenen Temperaturwerten kann auf die Flussgeschwindigkeit zurück geschlossen werden.

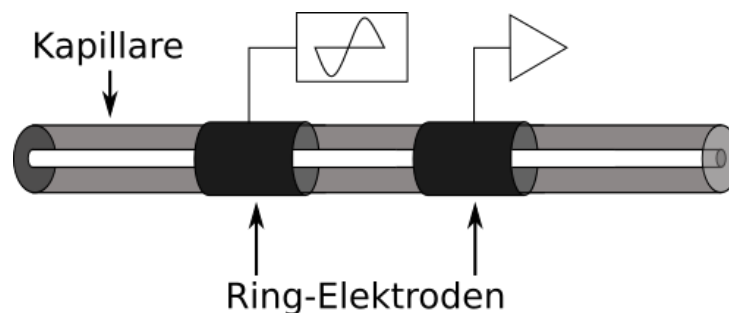


Abbildung 3.2.: Prinzip der C^4D Methode in der Kapillarelektrophorese. An eine von zwei Ringelektroden wird eine elektrische Wechselspannung angelegt. Diese Spannung koppelt durch die Kapillare in die zweite Ringelektrode ein und wird an dieser gemessen. Die Veränderung zwischen Eingangs- und Ausgangssignal gibt Aufschluss über die durch die Kapillare transportierten Ionen.

Unter den rein elektrischen Sensoren hat sich die kapazitiv gekoppelte kontaktfreie Leitfähigkeitsmessungen, kurz C⁴D (engl. **C**ontactless **C**apacitively **C**oupled **C**onductivity **D**etection) durchgesetzt⁵¹. Kontaktfreie Leitfähigkeitsmessungen wurden in den Jahren zwischen 1950 und 1960 verwendet, um Titrationsen zu überwachen. Seit etwa 1980 wird dieselbe Technologie vermehrt für Isotachophorese eingesetzt⁵². 1998 entwickelten unabhängig voneinander da Silva, Do Largo und Zemmann ein System für die kontaktfreie Kapillarelektrophorese^{53,54}. Dazu werden zwei ringförmige Elektroden um die Kapillare gelegt (Abb. 3.2). Dieses Prinzip wird bis heute verwendet und es existieren eine Vielzahl Untersuchungen zum Einsatz von C⁴D für die Elektrophorese. Die ersten Veröffentlichungen zu C⁴D Sensoren für mikrofluidische Elektrophoresesysteme gibt es seit 2001⁵⁵. Dazu wurden anstelle der ringförmigen Elektroden zwei koplanar angeordnete, rechteckige Elektroden eingesetzt.

Bei der Elektrophorese bewegt sich eine Elektrolytlösung durch ein homogenes elektrisches Feld, dessen Feldlinien parallel zur Flussrichtung der Flüssigkeit ausgerichtet sind. Durch das Feld trennen sich die verschiedenen Ionen in der Lösung entsprechend ihrer Ladung und Beweglichkeit auf. Die C⁴D Methode wird genutzt, um die separierten Ionengruppen zu detektieren. Je nach Konfiguration der Elektroden, ist der C⁴D Sensor dabei sensitiv auf den Ladungsunterschied zwischen Ionengruppe und Lösungsmittel oder es wird ein Unterschied in der Permittivität detektiert⁵⁶. Neben der Detektion von Ionen, werden kapazitive Sensoren auch verwendet um Phasengrenzen von Flüssigkeitssäulen oder Tröpfchen in Mikrokanälen zu detektieren⁵⁷.

Es existieren zwei kommerzielle Systeme, die C⁴D für mikrofluidische Elektrophorese verwenden. Ein Hersteller ist die Mikrofluidik Chipshop GmbH und der andere eDAQ Pty. Ltd.⁵⁸. Bei beiden befinden sich koplanar angeordnet zwei Elektroden auf einer Seite des Kanals. Der hier entwickelte Sensor, mit der Bezeichnung **Moving Plug Sensor** (MPS), macht sich das C⁴D Prinzip zunutze und optimiert es für die Positionsbestimmung von Phasengrenzen zwischen einer Flüssigkeitssäule und Luft.



4 Grundlagen kapazitiven Messens

Der Moving Plug Sensor (MPS) dient der Positionsbestimmung bewegter Flüssigkeitssäulen in fluidischen Mikrochips. Der Sensor detektiert die Grenzfläche zweier Medien, z.B. flüssig-flüssig oder flüssig-gasförmig. Dazu werden die unterschiedlichen elektrischen Eigenschaften der Stoffe ausgenutzt.

Der MPS arbeitet nach dem Prinzip der kontaktfreien Leitfähigkeitsmessung C^4D , das für die Kapillare-Elektrophorese entwickelt wurde^{9,59}. Für den Einsatz in der Mikrofluidik werden zwei koplanare Elektroden in unmittelbarer Nähe unter einer mikrofluidischen Kartusche platziert (Abb. 4.1). Die zu detektierende Flüssigkeit ist durch eine Folienschicht von den Sensorelektroden getrennt, sodass es zu keiner elektrochemischen Reaktion zwischen den Elektroden und der Flüssigkeit kommen kann. Eine Elektrode wird durch eine Wechselspannung angeregt. Das Signal koppelt kapazitiv durch den Mikrokanal in die zweite Elektrode ein, an der das Signal durch Strommessung erfasst wird. Bei dieser Messmethode handelt es sich um eine Impedanzmessung.

Im folgenden Kapitel wird zunächst der Aufbau und die Funktionsweise eines Kondensators beschrieben, der die Grundlage der Impedanzmessung und der damit verbundenen Messgrößen bildet. Die theoretischen Grundlagen, die eine Impedanzmessung ermöglichen, werden im Anschluss an die Messmethode behandelt. Es werden insbesondere die Materialeigenschaften Permittivität ϵ und Leitfähigkeit σ diskutiert.

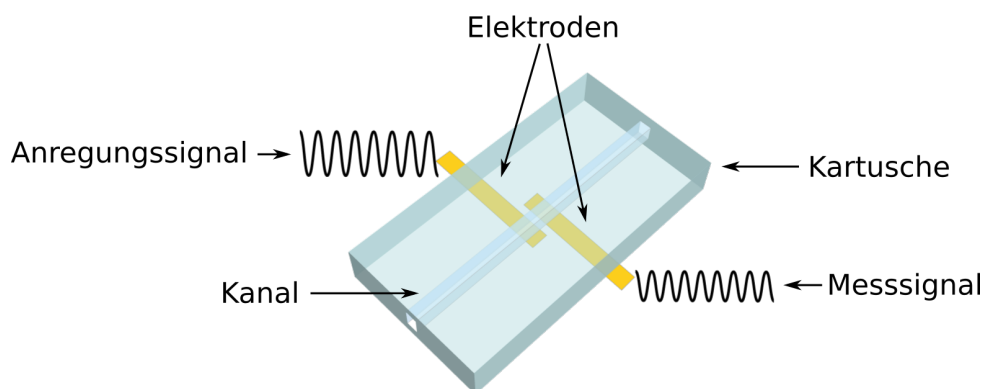


Abbildung 4.1.: Schematische Darstellung einer Impedanzmessung durch koplanare Elektroden nach dem C^4D Prinzip. Zwei Elektroden befinden sich auf der Außenseite eines mikrofluidischen Kanals.

4.1 Kondensatoren

Ein elektrischer Kondensator ist ein Bauteil, das elektrische Ladung und elektrische Energie speichern kann. Er besteht aus mindestens zwei leitenden Flächen, den Elektroden. Diese sind durch ein isolierendes Medium, das Dielektrikum, voneinander getrennt. In Abbildung 4.2 stellt die Luft zwischen den Platten das Dielektrikum dar.

Die Kapazität C des Kondensators gibt an, wie viel Ladung Q sich auf einer Platte sammeln kann. Diese ist zum einen abhängig von der angelegten elektrischen Spannung U und der Geometrie der Elektroden. Zum anderen beeinflussen die elektrischen Eigenschaften des Dielektrikums die Kapazität. Gleichung 4.1 beschreibt diesen Zusammenhang für einen parallelen Plattenkondensator⁶⁰,

$$C = \frac{Q}{U} = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{A}{d} \quad \text{mit} \quad \epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \frac{\text{As}}{\text{Vm}}, \quad (4.1)$$

wobei A die Fläche einer Elektrode beschreibt und d den Abstand zwischen den Elektroden. ϵ_0 ist die elektrische Feldkonstante. Die Größe ϵ_r ist ein Materialparameter. Er beschreibt die Durchlässigkeit des Dielektrikums für elektrische Felder und wird als relative Permittivität bezeichnet. Für Vakuum ist die relative Permittivität 1, Materie hat i.A. eine Permittivität größer 1. Das Einbringen eines Dielektrikums zwischen die Kondensatorplatten führt somit zu einer Zunahme der Kapazität.

4.1.1 Stromfluss durch einen Kondensator

Das Maxwellsche Durchflutungsgesetz (Gl.4.2) beschreibt den Stromfluss in einem Kondensator⁶⁰. Das Durchflutungsgesetz stellt eine Beziehung auf, zwischen dem geschlossenen Kurvenintegral des magnetischen Feldes \vec{H} und dem Strom der durch eine von S aufgespannte Fläche fließt. Dabei ist die Form der Kurve S und der Fläche A frei wählbar.

$$\oint_S \vec{H} \cdot d\vec{s} = \int_A \left(\vec{j} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} \right) d\vec{A}. \quad (4.2)$$

In Abbildung 4.3 wird dies skizziert. Dargestellt ist ein Kondensator mit Zuleitung und Ableitung. Der Kondensator ist an eine Wechselstromquelle angeschlossen. Die Kurve S verläuft kreisförmig um die Zuleitung zum Kondensator. Von dieser Kurve werden die Flächen A_1 und A_2 aufgespannt. In der Zuleitung am Kondensator fließt der Leitungsstrom I_L . An der zweiten Elektrode wird auch der Strom I_L gemessen. Zwischen den Platten des Kondensators findet kein Ladungsaustausch statt, da sie durch das Dielektrikum isoliert sind. Durch die Fläche A_1 fließt der Leitungsstrom I_L der Zuleitung und erzeugt das magnetische Feld \vec{H} . Verformt man diese Fläche so, dass sie durch den Kondensator verläuft (A_2), muss nach dem Durchflutungsgesetz noch immer die Beziehung aus Gl. 4.2 gelten. Zwischen den Kondensatorplatten fließt daher der Verschiebestrom I_V , mit

$$\oint_S \vec{H} \cdot d\vec{s} = I_L + I_V. \quad (4.3)$$

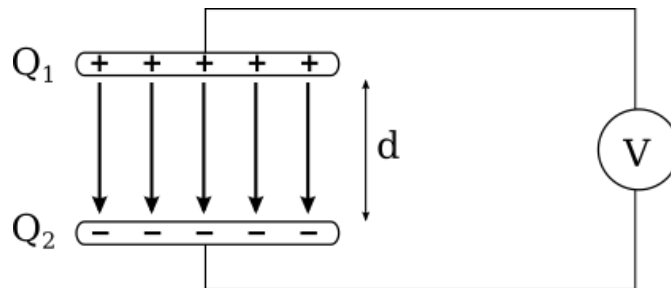


Abbildung 4.2.: Schematische Darstellung eines plan-parallelen Plattenkondensators. Die Platten des Kondensators haben einen Abstand d . An den Kondensator ist die Spannung V angelegt und auf den Platten sammelt dadurch sich die Ladungen Q_1 und Q_2 mit $Q_1 = -Q_2$.

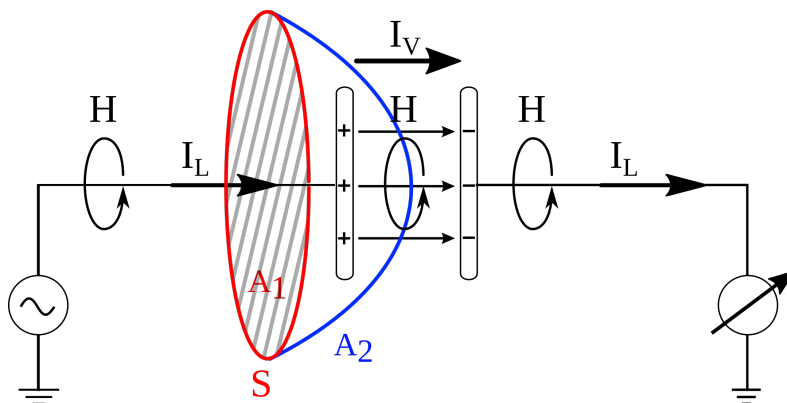


Abbildung 4.3.: Darstellung des Stromflusses durch einen Kondensator. Der an den Kondensator angelegte Leitungsstrom I_L erzeugt um die Leitungen das magnetische Feld H . Dieses Feld besteht auch zwischen den Elektroden, und wird hier durch den Verschiebestrom I_V erzeugt. Um die Zuleitung ist eine geschlossene Strecke S gelegt. Zwei von dieser Strecke beliebig aufgespannte Flächen A_1 und A_2 sind ebenfalls eingezeichnet.

Dabei gilt $I_L = 0$ innerhalb des Kondensators und $I_V = 0$ außerhalb des Kondensators. Aus der Definition des elektrischen Flusses⁶⁰

$$\Psi = \vec{D} \cdot d\vec{A} \quad (4.4)$$

ergibt sich der Verschiebestrom zu

$$I_V = \dot{\Psi} = \int_A \dot{\vec{D}}(t) \cdot d\vec{A} . \quad (4.5)$$

Dabei wird die Flussdichte von \vec{D} beschrieben. Bei einem idealen Kondensator besitzt das Dielektrikum einen unendlich hohen elektrischen Widerstand. Dadurch fließt keine Ladung zwischen den Elektroden und der Leitungsstrom I_L ist null. Auch werden Verluste durch den Widerstand und die Induktivität der Zuleitungen vernachlässigt. Der Strom I_C durch einen idealen Kondensator ist gleich dem Verschiebestrom I_V

$$I_C = I_V . \quad (4.6)$$

Wird eine sinusförmige Spannung $u(t)$ an den Elektroden angelegt, fließt ein sinusförmiger Strom $i(t)$ durch den Kondensator. Strom und Spannung haben dabei die gleiche Kreisfrequenz ω . Die Anregungsspannung und der resultierende Strom werden über die Gleichungen 4.8 beschrieben.

$$u(t) = \hat{U}_0 \cdot \sin(\omega t + \phi_U) = |U_0| \cdot e^{i(\omega t + \phi_U)} , \quad (4.7)$$

$$i(t) = \hat{I}_0 \cdot \sin(\omega t + \phi_I) = |I_0| \cdot e^{i(\omega t + \phi_I)} , \quad (4.8)$$

mit \hat{U}_0 : Spitzenspannung

\hat{I}_0 : Spitzenstromstärke

ϕ_U : Phasengang der Spannung

ϕ_I : Phasengang des Stroms

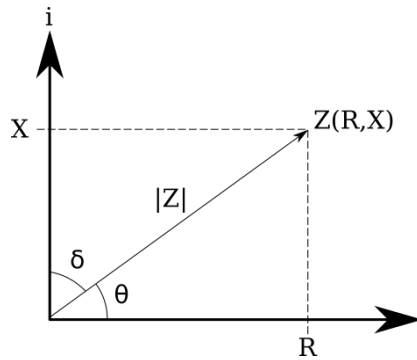
ω : Kreisfrequenz

Aus der Definition der Kapazität (Gl. 4.1) sieht man, dass der Kondensator auf eine zeitliche Änderung der Spannung mit einer Änderung der Ladung q reagiert

$$C \cdot \frac{du(t)}{dt} = \frac{dq(t)}{dt} = i(t) . \quad (4.9)$$

Durch Einsetzen der Gleichung 4.8 ergibt sich der Stromfluss durch den Kondensator zu

$$i(t) = |I_0| \cdot e^{i(\omega t + \phi_I)} = \omega C |I_0| \cdot e^{i(\omega t + \phi_U + \frac{\pi}{2})} , \quad (4.10)$$



$$\begin{aligned}
 Z &= R + iX \\
 R &= |Z| \cos(\theta) \\
 X &= |Z| \sin(\theta) \\
 |Z| &= \sqrt{R^2 + X^2} \\
 \tan(\varphi) &= X/R
 \end{aligned}$$

Abbildung 4.4.: Vektordarstellung der komplexen Größe Impedanz Z^* , mit dem Realteil auf der x-Achse und dem Imaginärteil auf der y-Achse. Die Länge des Vektors Z gibt den Betrag $|Z|$ der Impedanz an.

mit $\phi_I = \phi_U + \frac{\pi}{2}$. Die Gleichung 4.10 zeigt, dass für einen idealen Kondensator Strom und Spannung proportional sind. Des Weiteren ist der Strom um $\frac{\pi}{2}$ phasenverschoben zur Spannung, er eilt der Spannung um eine viertel Periode voraus.

Das Ohm'sche Gesetz behält auch für Wechselstrom seine Gültigkeit. Dafür wird der komplexe Wechselstromwiderstand Z^* , auch Impedanz genannt, eingeführt

$$u(t) = Z^* \cdot i(t) . \quad (4.11)$$

Mit den Gleichungen aus 4.8 folgt für die Impedanz des Kondensators

$$Z^* = \frac{u(t)}{i(t)} = \frac{1}{i\omega C} . \quad (4.12)$$

Für den idealen Kondensator ist die Impedanz eine imaginäre Größe. Reale Kondensatoren weisen Ohm'sche Verluste auf.

Wie in Abbildung 4.4 zu sehen ist, lässt sich die Impedanz als Vektor darstellen mit einem Realteil Z' und einem Imaginärteil Z''

$$Z^* = Z' + iZ'' . \quad (4.13)$$

Der Realteil Z' wird auch als Wirkwiderstand bezeichnet. Er beschreibt den Teil des Systems der Energie dissipiert. Ein solcher Energieverlust kann durch einen ohmschen Widerstand R beschrieben werden

$$Z' = R . \quad (4.14)$$

Dem gegenüber beschreibt der Imaginärteil Z'' den Teil des Systems, der Energie speichert. Daher wird er als Blindwiderstand X bezeichnet. Speicherelemente sind sowohl Kondensatoren C , als auch Spulen L mit

$$Z''_C = X_C = \frac{1}{\omega C} , \quad (4.15)$$

$$Z''_L = X_L = \omega L . \quad (4.16)$$

Aus dem Verhältnis des Blindwiderstands zum Wirkwiderstand berechnet sich der Gütefaktor Q_F . Aus dem Zeigediagramm in Abbildung 4.4 folgt, dass Q_F gleich dem Tangens des Winkels θ zwischen Real- und Imaginärteil der Impedanz ist. Q_F wird gewöhnlich im Zusammenhang mit Spulen verwendet. Bei Kondensatoren wird üblicherweise der Verlustfaktor D_F benutzt

$$D_F = \frac{1}{Q_F} = \tan(\delta) = \frac{Z'}{Z''} . \quad (4.17)$$

Der Verlustfaktor ist der Kehrwert des Gütefaktors und damit der Tangens des Winkels δ , des komplementären Winkel von θ . Er ist ein Maß dafür, wie nah das System an eine reine Reaktanz, ohne Widerstandskomponente, kommt. Enthalten Systeme Kapazitäten, kann es mathematisch einfacher sein mit der Admittanz Y^* zu arbeiten. Die Admittanz ist der Kehrwert der Impedanz. Der Realteil G wird als Konduktanz bezeichnet und der Imaginärteil B als Suszeptanz.

$$Y^* = \frac{1}{Z^*} = Y' + iY'' = G + iB . \quad (4.18)$$

4.1.2 Ersatzschaltbild des realen Kondensators

Die bisherigen Betrachtungen beziehen sich auf einen idealen Kondensator. Bei einem realen Kondensator treten parasitäre Effekte auf⁶¹. Die Verluste entstehen zum einen aus den Widerständen der Zuleitungen und zum anderen aus den dielektrischen Verlusten. Der Umladung der Kondensatorplatten durch die Wechselspannung folgt die Ausrichtung der Polarisierung des Dielektrikums. Im Dielektrikum wird auf atomarer Ebene Arbeit verrichtet. Die Arbeit führt zu einer Erwärmung des Kondensators. Diese Wärmeverluste wirken als Ohm'scher Widerstand in Reihe geschaltet mit dem Kondensator. Ebenfalls in Reihe wirken die Ohm'schen Widerstände der Zuleitungen. Beide Widerstände werden in einem äquivalenten Serienwiderstand ESR (Equivalent Series Resistance) zusammengefasst. Daneben wird der reale Kondensator noch durch einen parallelen Widerstand beschrieben. Ein Dielektrikum stellt keinen idealen Isolator dar. Die Restleitfähigkeit führt zu einem Isolationswiderstands parallel geschaltet mit dem Kondensator. Der Isolationswiderstand kann auch in einen äquivalenten seriellen Widerstand umgerechnet.

Dielektrika sind keine perfekten Isolatoren. Sie besitzen einen endlichen Widerstand und es treten Ladungsströme im Dielektrikum auf. Dadurch gleicht sich die Ladung der Kondensatorplatten langsam aus. Der Widerstand des Dielektrikums wirkt parallel zur Kapazität. Eine Induktivität der Zuleitungen kann in diesem Fall vernachlässigt werden.

In Abbildung 4.5 ist ein Ersatzschaltbild eines realen Kondensators skizziert. Einem idealen Kondensator C ist zum einen ein Serienwiderstand ESR vorgeschaltet. Dieser repräsentiert die Leitungs- und Polarisationsverluste. Zum anderen befindet sich ein weiterer Widerstand R_p parallel zu dem idealen Kondensator C um die Leitfähigkeit des Dielektrikums zu berücksichtigen.

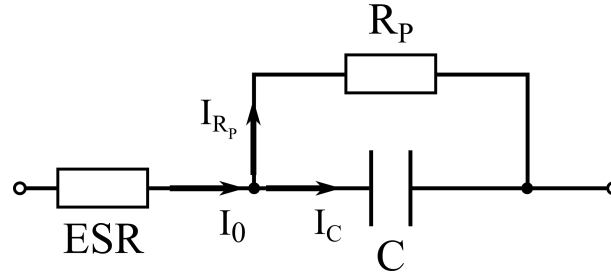


Abbildung 4.5.: Skizziert ist das Ersatzschaltbild eines realen Kondensators. Der Widerstand der Leitung wird durch den seriellen Widerstand R_S ausgedrückt und die Verluste im Dielektrikum durch den parallelen Widerstand R_p .

Paralleler RC-Kreis

Zunächst wird der parallele RC-Kreis der Ersatzschaltung betrachtet. Nach der Knotenregel teilt sich der Strom auf in den Strom $i_p(t)$ über den Widerstand R_p und den Strom $i_C(t)$ über den Kondensator C . Letzter lässt sich durch Gleichung 4.9 schreiben⁶¹ als

$$i_0(t) = i_p(t) + i_C(t) = \frac{u_C(t)}{R_p} + C \cdot \frac{du_C(t)}{dt} . \quad (4.19)$$

Nach Einsetzen der Spannungsfunktion Gl. 4.8 folgt

$$|I_0| e^{i(\omega t + \phi_U)} = \frac{|U_0|}{R_p} e^{i(\omega t + \phi_U)} + \omega C |U_0| e^{i(\omega t + \phi_U + \frac{\pi}{2})} \quad (4.20)$$

$$= I_L e^{i(\omega t + \phi_U)} + I_V e^{i(\omega t + \phi_U + \frac{\pi}{2})} . \quad (4.21)$$

Hierbei beschreibt I_L den Leitungsstrom durch das Dielektrikum und I_V den Verschiebestrom durch den Kondensator. Gleichung 4.21 zeigt, dass der Leitungsstrom in Phase mit der Anregungsspannung ist. Der Verschiebestrom hingegen ist um $\frac{\pi}{2}$ phasenverschoben, wie bereits für den idealen Kondensator gezeigt wurde.

Für die Charakterisierung eines realen Kondensators ist der Verlustfaktor D_F relevant. Nach Gleichung 4.17 berechnet sich dieser aus dem Quotienten des Realteils der Impedanz Z' und des Imaginärteil der Impedanz Z'' . Aus Gleichung 4.21 folgt durch Umformen direkt die Admittanz

$$|I_0| e^{i(\omega t + \phi_U)} = \underbrace{\left(\frac{1}{R_p} + \omega C \right)}_{Y_p} |U_0| e^{i(\omega t + \phi_U)} \quad (4.22)$$

$$= Y_p |U_0| e^{i(\omega t + \phi_U)} . \quad (4.23)$$

Daraus berechnen sich die Impedanz Z_p und der Verlustfaktor $\tan(\delta)_p$ eines parallelen RC-Kreises zu

$$Z_p^* = \frac{1}{Y_p^*} = \frac{R_p}{1 + (R_p C \omega)^2} - i \cdot \frac{R_p^2 C \omega}{1 + (R_p C \omega)^2} \quad (4.24)$$

und

$$\tan(\delta_p) = \frac{1}{R_p C \omega} . \quad (4.25)$$

Serieller RC-Kreis

Der serielle Teil der Ersatzschaltung besteht aus dem Äquivalenzwiderstand ESR und dem idealen Kondensator C . Nach dem Kirchhoffschen Gesetz addiert sich die Spannung über dem Widerstand und dem Kondensator zur Gesamtspannung⁶¹

$$u_0(t) = u_{ERS}(t) + u_C(t) \quad (4.26)$$

$$= R_{ERS} \cdot i_0(t) + \frac{1}{C} \int i_V(t) dt . \quad (4.27)$$

Die Spannung über dem seriellen RC-Kreis ist proportional zum fließenden Strom. Die Proportionalitätskonstante stellt die Impedanz Z^* dar, wie nach Einsetzen der Stromfunktion aus Gleichung 4.8 und Umformen folgt

$$|U_0| e^{i(\omega t + \phi_U)} = \underbrace{\left(R_{ERS} + \frac{1}{i\omega C} \right)}_{Z_S^*} |I_{ges}| e^{i(\omega t + \phi_I)} \quad (4.28)$$

$$= Z_S^* |I_{ges}| e^{i(\omega t + \phi_I)} . \quad (4.29)$$

Die Admittanz Y^* folgt aus dem Kehrwert der Impedanz zu

$$Y_S^* = \frac{1}{Z_S^*} = \frac{RC^2 \omega^2}{1 + (RC \omega)^2} + i \cdot \frac{C \omega}{1 + (RC \omega)^2} . \quad (4.30)$$

Auch für den seriellen Kreis berechnet sich der Verlustfaktor als Quotient aus Real- und Imaginärteil der Impedanz

$$\tan \delta_S = R_{ESR} C \omega . \quad (4.31)$$

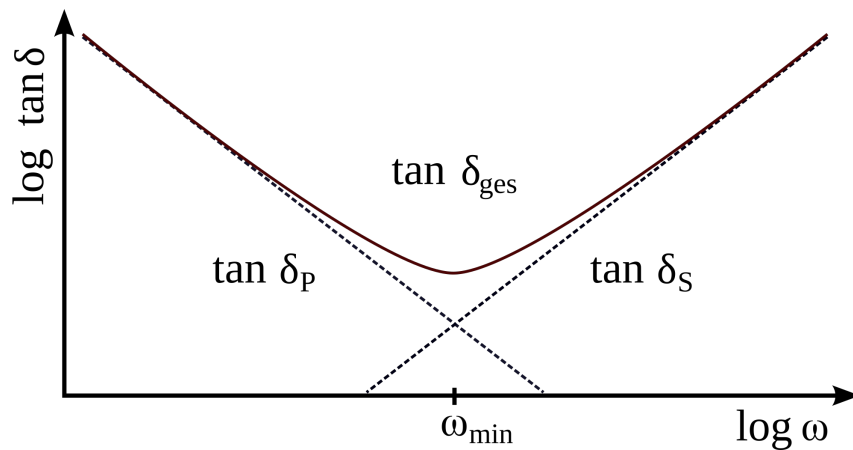


Abbildung 4.6.: Skizzierte Darstellung der Verlustwinkel des parallelen und seriellen Teils des Ersatzschaltkreises eines realen Kondensators und des resultierenden Verlustfaktors

Verlustfaktor

Der Verlustfaktor des parallelen Kreises $\tan(\delta)_p$ sinkt mit steigender Frequenz. Der zweite Verlustfaktor $\tan(\delta)_s$ zeigt eine gegenläufige Abhängigkeit von der Frequenz, er steigt mit zunehmender Frequenz. In Abbildung 4.6 sind die beiden Verlustfaktoren logarithmisch gegen den Logarithmus der Kreisfrequenz skizziert. Der resultierende Verlustfaktor zeigt eine starke Abhängigkeit von der Frequenz. Für die Frequenz ω_{min} nimmt er ein Minimum an, bei dem die Verluste des Ersatzschaltkreises am kleinsten sind. In Kapitel 5.3 wird der Verlustfaktor speziell für den MPS berechnet.

4.2 Impedanzmessung

4.2.1 Messen der Impedanz und der Übertragungsfunktion

Die Impedanz von Stoffen wird mit Hilfe von Messzellen bestimmt. Je nach Anwendung, z.B. für Flüssigkeiten oder Feststoffe, unterscheiden sich die Messzellen im Aufbau. Prinzipiell besteht eine Messzelle aus zwei Elektroden. Diese bilden einen Plattenkondensator, wie er in Kapitel 4.1 beschrieben wurde. Das zu untersuchende Probenmaterial wird zwischen die Elektroden des Kondensators eingebracht (Abb. 4.7). An eine der Elektroden, der Anregungselektrode, wird eine Wechselspannung mit der Amplitude \hat{U} und der Kreisfrequenz $\omega = 2\pi f$ angelegt. Das Eingangssignal hat die Form

$$U(t) = \hat{U}e^{i(\omega t)} . \quad (4.32)$$

Als Systemantwort wird an der zweiten Elektrode ein Strom abgegriffen

$$I(t) = \hat{I}e^{i(\omega t + \phi)} . \quad (4.33)$$

Die Amplitude \hat{I} und der Phasenwinkel ϕ hängen von der Frequenz und den elektrischen Eigenschaften, wie Permittivität und Leitfähigkeit, der Probe ab. Für ein lineares System ist die Stromamplitude proportional zur Spannungsamplitude und die Frequenz bleibt erhalten.

Zur Beschreibung des Probensystems wird die Systemantwort mit dem Eingangssignal verglichen. Mathematisch lässt sich die Beziehung zwischen dem Eingangssignal $E(s)$ und dem Ausgangssignal $A(s)$ eines linearen Systems durch die Übertragungsfunktion H_{fkt} beschreiben zu⁶²

$$A(s) = H_{fkt} \cdot E(s) . \quad (4.34)$$

Die Übertragungsfunktion beschreibt die Wirkung des Systems auf das Eingangssignal im Frequenzraum. Sie kann über eine Laplacetransformation aus der Differentialgleichung des Systems gewonnen werden. Die Normalform der Differentialgleichung von Systemen mit einer Eingangs- und einer Ausgangsgröße lautet

$$\frac{d^n a}{dt^n} + \dots + \alpha_1 \frac{da}{dt} + \alpha_0 a = \beta_m \frac{d^m e}{dt^m} + \dots + \beta_1 \frac{de}{dt} + \beta_0 e . \quad (4.35)$$

Dabei bezeichnet n die Ordnung der Differentialgleichung. Sie entspricht der Anzahl der Zustandsgrößen des Systems. Durch $m \leq n$ wird die Kausalität des Systems sichergestellt. Bei der Transformation in den Frequenzbereich wird der Differentiationssatz der Laplacetransformation ausgenutzt⁶²

$$F(s) = \mathcal{L}\{f(t)\} = \int_{-\infty}^0 f(t)e^{-st} dt \quad (4.36)$$

$$\text{mit } \frac{d^k f(t)}{dt^k} \mapsto s^k F(s) - \sum_{\nu=1}^k s^{k-\nu} \cdot f^{(\nu-1)}(-0) . \quad (4.37)$$

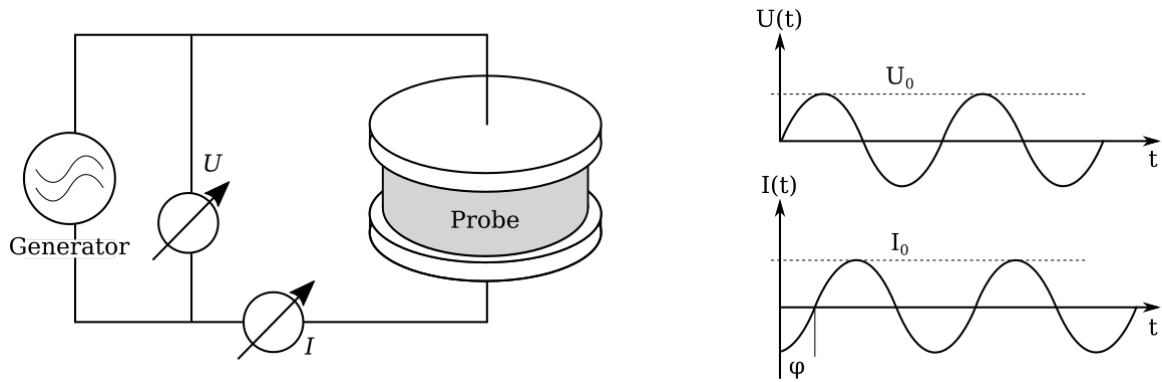


Abbildung 4.7.: Aufbau einer Impedanzmessung. Links dargestellt ist eine Probe der Dicke d in einem Plattenkondensator, der mit einer Wechselspannung $U(t)$ beaufschlagt wird. Als Systemantwort wird das Stromsignal $I(t)$ gemessen. Rechts ist der zeitliche Verlauf des sinusförmigen Stroms und der Spannung dargestellt, mit den Kenngrößen Amplitude U_0 und I_0 , Phasenwinkel ϕ und Periodendauer T . Die Anregungsspannung ist zum Antwortstrom um den Phasenwinkel ϕ verschoben.

Unter der Randbedingung, dass das System zu Anfang in Ruhe ist, folgt für die Differentialgleichung

$$A(s)(s^n + \dots + \alpha_1 s + \alpha_0) = E(s)(\beta_m s^m + \dots + \beta_1 s + \beta_0) . \quad (4.38)$$

Aus der Definition der Übertragungsfunktion in Gleichung 4.34 folgt, dass sie als Quotient des komplexen Eingangs- und Ausgangssignals beschrieben wird

$$H(s) = \frac{\beta_m s^m + \dots + \beta_1 s + \beta_0}{s^n + \dots + \alpha_1 s + \alpha_0} . \quad (4.39)$$

Für die Impedanzmessung ergibt sich die Übertragungsfunktion aus dem Quotienten von Strom zu Spannung, also die Admittanz

$$Y(s) = \frac{1}{Z(s)} = \frac{I(s)}{U(s)} . \quad (4.40)$$

In der Impedanzspektroskopie wird zur Beschreibung des Systems meist die Impedanz selber verwendet. Durch Kehrwertbildung der Gleichung 4.40 folgt für die Impedanz bzw. die inverse Übertragungsfunktion

$$H'(s) = \frac{U(s)}{I(s)} = \frac{1}{H(s)} = \frac{1}{Y(s)} = Z(s) \quad (4.41)$$

$$= \frac{R}{1 + i\omega T} . \quad (4.42)$$

4.3 Elektrisches Feld in Materie

In Materie kommen Ladungsträger entweder in freier oder gebundener Version vor. Je nach überwiegend vorkommender Ladungsträgerart, unterteilt man Stoffe in zwei Gruppen. Die Dielektrika mit gebundenen Ladungsträgern werden durch die Materialeigenschaft der relativen Permittivität ϵ_r charakterisiert. Ein Maß für die Beweglichkeit der freien Ladungsträger in leitenden Stoffen stellt die relative Leitfähigkeit σ dar. Die meisten Dielektrika bestehen sowohl aus gebundenen, als auch aus freien geladenen Teilchen. Dabei dominiert die Zahl gebundener Ladungsträger die freien Ladungsträger meist um mehrere Größenordnungen.

4.3.1 Polarisation und Leitfähigkeit

Leitfähigkeit

Ein Stoff mit frei beweglichen Elektronen nennt man idealen Leiter. Einem externen elektrischen Wechselfeld können die Ladungen ohne Verzögerung folgen. Der resultierende Ladungsstrom \vec{J}_L ist in Phase zum anregenden Feld \vec{E} ⁶³

$$\vec{J}_L = \sigma_s \vec{E} \quad , \text{ mit } \quad \sigma_s = -q\mu_e \quad . \quad (4.43)$$

Die Proportionalitätskonstante zwischen der Stromdichte \vec{J} und dem elektrischen Feld \vec{E} ist die elektrische Leitfähigkeit σ_s . Sie beschreibt die Beweglichkeit eines Elektrons durch den Stoff, wobei q die Ladung und μ_e die elektrische Mobilität des Stoffes sind.

Polarisation

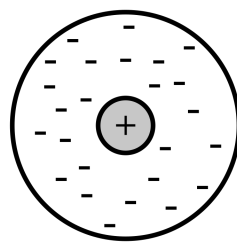
In dielektrischen Stoffen werden durch ein äußeres, statisches Feld Dipole induziert, oder bereits vorhandene Dipole in Feldrichtung ausgerichtet. In Atomen selbst werden Ladungen durch das Feld relativ zueinander verschoben. Diese Vorgänge bezeichnet man als elektrische Polarisation. Es gibt drei wichtige Polarisationsmechanismen⁶⁴:

elektronische Polarisation: Die elektronische Polarisation findet auf atomarer Ebene statt und tritt daher in allen Stoffen auf. Die Elektronen des Atoms werden durch das Anregungsfeld gegen den schwereren Atomkern verschoben (Abb. 4.8, a). Durch die geringe Elektronenmasse stellt sich diese Polarisation schnell ein und kann bis zu hohen Frequenzen dem Anregungsfeld folgen.

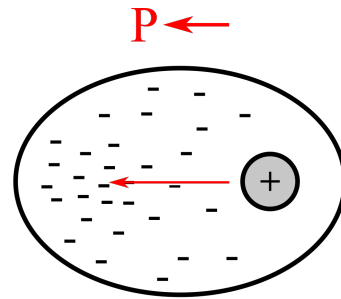
Ionenpolarisation: Sind Stoffe aus Ionen in einem Kristallgitter aufgebaut, können sich die positiven und negativen Ionen gegeneinander verschieben und es entstehen Dipole im Material (Abb. 4.8, b). Gegenüber der Elektronenpolarisation, erfolgt diese Verschiebungspolarisation langsamer durch die größere Masse der Ionen.

Orientierungspolarisation: Einige Stoffe besitzen Moleküle mit permanentem Dipol, wie z.B. Wasser. Allgemein werden sie als polare Dielektrika bezeichnet. Nach außen scheinen die Stoffe neutral, durch die zufällige Verteilung der Dipole (Abb. 4.8, c). In einem äußeren Feld kommt es zu einer Ausrichtung der Dipole entlang des Feldes und es entsteht eine Netto-Oberflächenladung. Die Orientierungspolarisation stellt sich am langsamsten ein.

a)

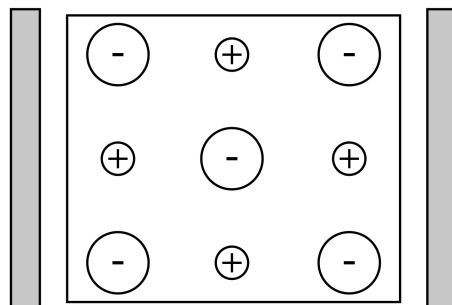


$$E = 0$$

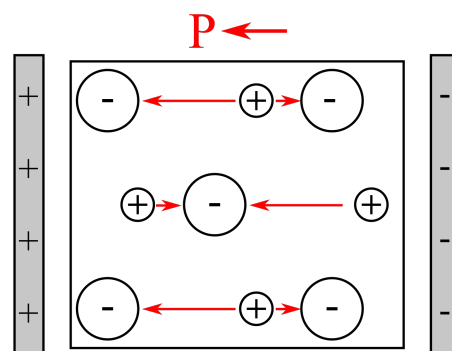


$$E \rightarrow$$

b)

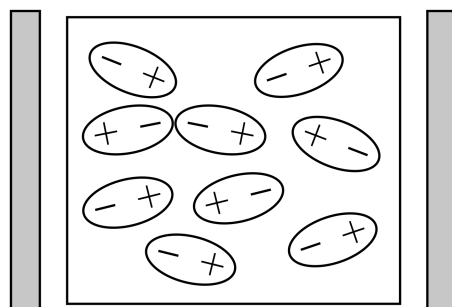


$$E = 0$$

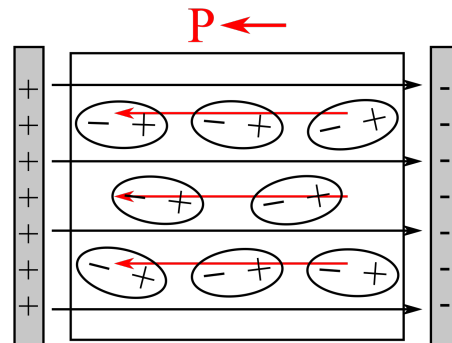


$$E \rightarrow$$

c)



$$E = 0$$



$$E \rightarrow$$

Abbildung 4.8.: Polarisationsvorgänge in Materie, links ohne angelegtes äußeres elektrisches Feld und rechts mit äußerem elektrischen Feld. a) bei der Elektronenpolarisation wird der positive Atomkern gegen die Elektronen verschoben und es entsteht das Polarisationsfeld \vec{P} entgegengesetzt dem elektrischen Feld \vec{E} , b) bei der Ionenpolarisation verschieben sich die Ionen zueinander c) und bei der Orientierungspolarisation richten sich die polaren Moleküle entlang des äußeren Feldes aus.

Die Polarisierung der Teilchen erzeugt ein Polarisationsfeld \vec{P} , dass dem äußeren elektrischen Feld entgegen gerichtet ist. Das resultierende Feld in der Probe wird durch die elektrische Flussdichte \vec{D} beschrieben⁶⁴. Sie fasst das elektrische Feld \vec{E} und das Polarisationsfeld \vec{P} zusammen

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P} = \epsilon_0 \vec{E} + \epsilon_0 \chi_e \vec{E} . \quad (4.44)$$

Der Proportionalitätsfaktor χ_e ist die Suszeptibilität. Sie beschreibt den Grad mit dem sich die Dipole des Dielektrikums nach der Richtung des elektrischen Feldes ausrichten. Die Suszeptibilität χ_e setzt sich additiv aus den einzelnen Polarisierungsarten zusammen. Mit der relativen Permittivität ϵ_r lässt sich Gl. 4.44 umschreiben zu

$$\vec{D} = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \vec{E} = \epsilon_0 \epsilon_r \vec{E} . \quad (4.45)$$

Die relative Permittivität beschreibt die Durchlässigkeit eines Materials für elektrische Felder. Für nicht polarisierbare Stoffe wird die Suszeptibilität null, die Permittivitätsfunktion $\epsilon = \epsilon_0 \epsilon_r$ nimmt den Wert der elektrischen Feldkonstante ϵ_0 an; ein nicht polarisierbarer Stoff hat daher eine relative Permittivität von 1⁶⁴.

4.3.2 Komplexe relative Permittivität

Das Ausrichten der Dipole findet bei Anlegen eines äußeren elektrischen Feldes nicht instantan statt. Je nach Masse die bewegt wird und Wechselwirkung mit den Nachbar-
teilchen vergeht Zeit bis sich ein stationärer Zustand einstellt.

In einem Wechselfeld kommt es daher zu einer Phasenverschiebung zwischen dem äußeren Feld und dem Polarisationsfeld. Abbildung 4.9 skizziert den frequenzabhängigen Verlauf der relativen Permittivität. Die unterschiedlichen Massen und Rückstellkräfte der polarisierten Teilchen haben zur Folge, dass mit zunehmender Frequenz die Polarisationsmechanismen der Feldänderung nicht mehr folgen können. Zuerst verschwindet die Orientierungspolarisation, dann die Ionen- und zuletzt auch die Elektronenpolarisation. Dabei kommt es zu den skizzierten Resonanzüberhöhungen, wenn die Umpolarisation in Resonanz mit der Anregungsfrequenz ist.

Die Umpolarisation der Dipole in einem Wechselfeld lässt sich mathematisch mit einem harmonischen Oszillator beschreiben. Durch die Wechselwirkung der Dipole mit der Materie kommt es zu einer Dämpfung. Die Dämpfung zeigt sich in der Phasenverschiebung zwischen dem Anregungsfeld und der Orientierung der Polarisation. Die Verluste durch die Dämpfung werden in der komplexen Darstellung der relativen Permittivität $\epsilon_r(\omega)$ berücksichtigt

$$\epsilon_r(\omega) = \epsilon'_r(\omega) + i\epsilon''_r(\omega) . \quad (4.46)$$

Der Realteil ϵ'_r beschreibt die Polarisationsfähigkeit und der Imaginärteil der Permittivität ϵ''_r beschreibt die frequenzabhängigen Verluste. Das Verhältnis von Imaginärteil und Realteil ergibt den dielektrischen Verlustfaktor

$$\tan \delta_{pol} = \frac{\epsilon''_r(\omega)}{\epsilon'_r(\omega)} . \quad (4.47)$$

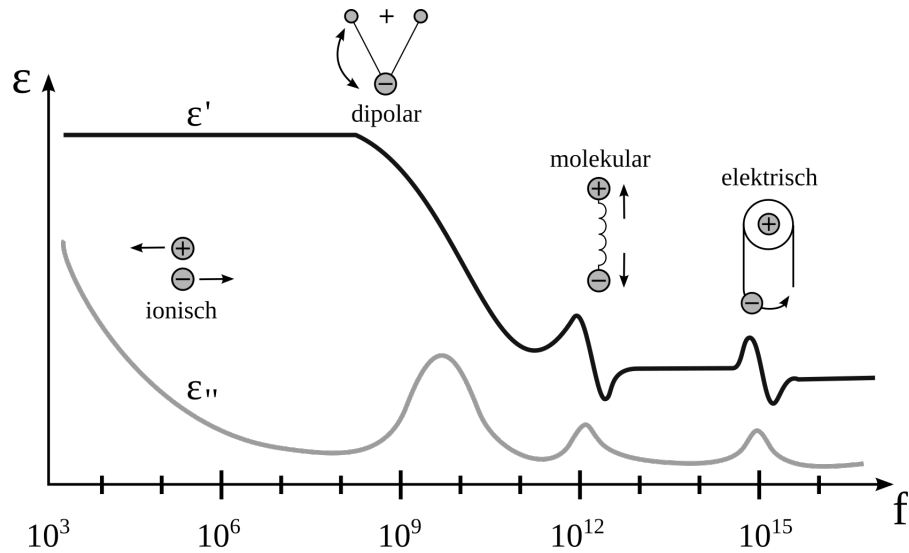


Abbildung 4.9.: Frequenzabhängiger Verlauf der relativen Permittivität, aufgeteilt in Real- und Imaginärteil, durch unterschiedliche Polarisationsmechanismen⁶⁵

Jeder Polarisationsprozess wird durch eine Relaxationszeit τ charakterisiert. Die Relaxationszeit entspricht der mittleren Zeitdauer, die die Dipole brauchen, um dem Feld zu folgen. Die Relaxationszeit ist abhängig von der zu bewegend Masse und der Wechselwirkung zwischen den Dipolen. Vereinfacht kann die Frequenzabhängigkeit der komplexen Permittivität über die Debye Gleichung mit der Kreisfrequenz $\omega = 2\pi f$ durch

$$\epsilon(\omega)' = \epsilon_{\infty} + \frac{\epsilon_s - \epsilon_{\infty}}{1 + \omega^2 \tau^2} , \quad (4.48a)$$

$$\epsilon(\omega)'' = \frac{(\epsilon_s - \epsilon_{\infty})\omega\tau}{1 + \omega^2 \tau^2} . \quad (4.48b)$$

beschrieben werden⁶⁶. Dabei wird vorausgesetzt, dass nur ein Polarisationsmechanismus, also eine einheitliche Relaxationszeit für alle Dipole im Dielektrikum, vorliegt. Mit ϵ_s wird der Grenzwert der Permittivität für sehr kleine Frequenzen, also für den statischen Zustand beschrieben. Der Grenzwert für große Frequenzen gegenüber der Resonanzfrequenz wird mit ϵ_{∞} beschrieben. Die Differenz wird auch als Relaxationsstärke $\Delta\epsilon = \epsilon_s - \epsilon_{\infty}$ bezeichnet. Die Relaxationsfrequenz f_{max} berechnet sich aus der Relaxationszeit τ und bezeichnet die Frequenz mit maximalem dielektrischem Verlust

$$\tau = \frac{1}{2\pi f_{max}} . \quad (4.49)$$

Normalerweise treten mehrere Polarisationsmechanismen in einem Stoff auf. Die unterschiedlichen Polarisationsmechanismen bedingen, dass je nach Frequenz des anregenden Feldes verschiedene Polarisationsprozesse dominieren. Für Frequenzen von $10^4 - 10^{10}$ im Radio und Mikrowellenbereich, kommt es hauptsächlich zu Dipol und Ionenpolarisation. Molekülschwingungen werden erst bei Frequenzen um die 10^{12} im Infraroten angeregt. Bei höheren Frequenzen ist nur noch die Elektronenpolarisation in der Lage dem Wechselfeld zu folgen⁶⁷. Die für den MPS als Anregung genutzte Frequenz

liegt mit 400 kHz am unteren Ende des Spektrums. Hier sind alle Polarisationsarten in der Lage dem Anregungsfeld zu folgen.

Der imaginäre Anteil der komplexen Permittivität beschreibt einen Wirkstrom der neben dem kapazitiven Blindstrom durch den Kondensator fließt. Dieser Wirkstrom und der Leckstrom werden durch den endlichen Widerstand des Dielektrikum hervorgerufen und verlaufen phasengleich. Beide Verlustarten können daher zu einem effektiven dielektrischen Verlust ϵ''_{eff} zusammengefasst werden

$$\epsilon''_{eff} = \epsilon''_r + \frac{\sigma_{ac}}{\omega\epsilon_0} . \quad (4.50)$$

Der Verlustfaktor $\tan \delta$ wird damit zu

$$\tan \delta = \frac{\sigma_{eff}}{\omega\epsilon_0\epsilon'_r} . \quad (4.51)$$

4.3.3 Ausbreitung elektrischer Felder in Materie

Der Übergang des elektrischen Feldes an der Grenzfläche zweier Medien findet nicht kontinuierlich statt. Die Unstetigkeit des elektrischen Feldes äußert sich in einer Änderung der Ausbreitungsrichtung des Feldes. Bei der berührungslosen kapazitiven Messmethode liegen mehrere, geschichtete Dielektrika im Messbereich des Sensors. Mindestens sind dies die Isolationsschicht und das Probenmaterial. Die Schichten können, je nach Elektrodengeometrie, senkrecht, parallel oder unter einem Winkel von den Feldlinien durchsetzt werden. Abhängig von der Orientierung ergeben sich andere Feldverteilungen in den verschiedenen Schichten. Die Stetigkeitsbedingungen für das elektrische Feld und die elektrische Flussdichte bestimmen die Ausbreitung an einer Grenzfläche.

In Abbildung 4.10 ist das Verhalten der Feldvektoren an der Grenzfläche zweier Dielektrika mit den relativen Permittivitäten ϵ_{r1} und ϵ_{r2} dargestellt. Für die Permittivitäten der beiden Stoffe gilt $\epsilon_{r1} < \epsilon_{r2}$. Der Vektor des auftreffenden elektrischen Feldes \vec{E}_1 kann in einen parallel zur Grenzfläche verlaufenden Anteil $\vec{E}_{1,t}$ und einen senkrechten Anteil $\vec{E}_{1,n}$ zerlegt werden.

Aus dem Induktionsgesetz folgt für die Integration über das elektrische Feld entlang der geschlossene Fläche S^{60}

$$\oint_S \vec{E} \cdot d\vec{s} = E_{1,t} \cdot s + E_{2,t} \cdot (-s) \stackrel{!}{=} 0 \quad (4.52)$$

$$\Rightarrow E_{1,t} = E_{2,t} . \quad (4.53)$$

Die Tangentialkomponente des elektrischen Feldes ist an der Grenzfläche stetig. Betrachtet man den Weg S als Teil einer Hüllfläche, folgt aus der Kontinuitätsgleichung die Stetigkeit der Normalkomponente von elektrischer Flussdichte \vec{D} und Stromdichte \vec{j}^{60}

$$D_{1,n} = D_{2,n} , \quad (4.54)$$

$$J_{1,n} = J_{2,n} . \quad (4.55)$$

Die Analogie zwischen der elektrischen Flussdichte und dem stationären Strömungsfeld folgt aus den Materialgleichungen⁶⁰. Aus der Division der Stetigkeitsbedingungen für elektrisches Feld und elektrische Flussdichte lässt sich der Tangens des Brechungswinkel berechnen.

$$\frac{E_{1,t}}{D_{1,n}} = \frac{E_{2,t}}{D_{2,n}} \quad \text{mit} \quad D_n = \epsilon_r \cdot \vec{E}_n \quad (4.56)$$

$$\Rightarrow \frac{\tan \alpha_1}{\tan \alpha_2} = \frac{\epsilon_{r,1}}{\epsilon_{r,2}} . \quad (4.57)$$

Dem Brechungsgesetz für elektrische Feldlinien folgend (Gl. 4.57), werden die Feldvektoren an der Grenzfläche abgelenkt. Beim Übergang von einem dielektrisch dünneren Medium in ein dielektrisch dickeres Medium, werden die Feldvektoren vom Lot weg gebrochen. Im Extremfall zweier stark unterschiedlich permittiver Stoffe, verlassen die Feldlinien das dielektrisch dichtere Medium quasi senkrecht.

Betrachtet werden im Folgenden zwei Spezialfälle. Zum einen ein senkrecht auf die Grenzfläche auftreffendes Feld mit längs geschichteten Dielektrika und zum anderen ein quer geschichtetes Dielektrikum mit parallel zur Grenzfläche verlaufendem Feld.

Quer geschichtete Dielektrika

Bei quer geschichteten Dielektrika besitzt \vec{E} - und \vec{D} -Feld nur die Normalkomponente. In Abbildung 4.11a ist die Feldverteilung graphisch dargestellt. Aus der Stetigkeitsbedingung folgt

$$\frac{E_1}{E_2} = \frac{\epsilon_{r2}}{\epsilon_{r1}} . \quad (4.58)$$

Die Feldstärke ist im dielektrisch dünneren Medium höher, als in dem Dielektrikum mit höherer Permittivität. Dieser Effekt wird als Feldverdrängung bezeichnet.

Längs geschichtete Dielektrika

In längs geschichteten Dielektrika verlaufen die elektrischen Feldvektoren tangential zur Grenzfläche. Aus der Stetigkeit der Tangentialkomponente folgt ein gleich starkes elektrisches Feld in beiden Medien (Abb. 4.11b). Eingesetzt in die Materialgleichung folgt für die elektrische Flussdichte

$$\frac{D_1}{\epsilon_{r1}} = \frac{D_2}{\epsilon_{r2}} . \quad (4.59)$$

Bei konstanter Spannung, sammeln sich im Gebiet mit dem Dielektrikum höherer Permittivität mehr Ladungen auf den Elektroden.

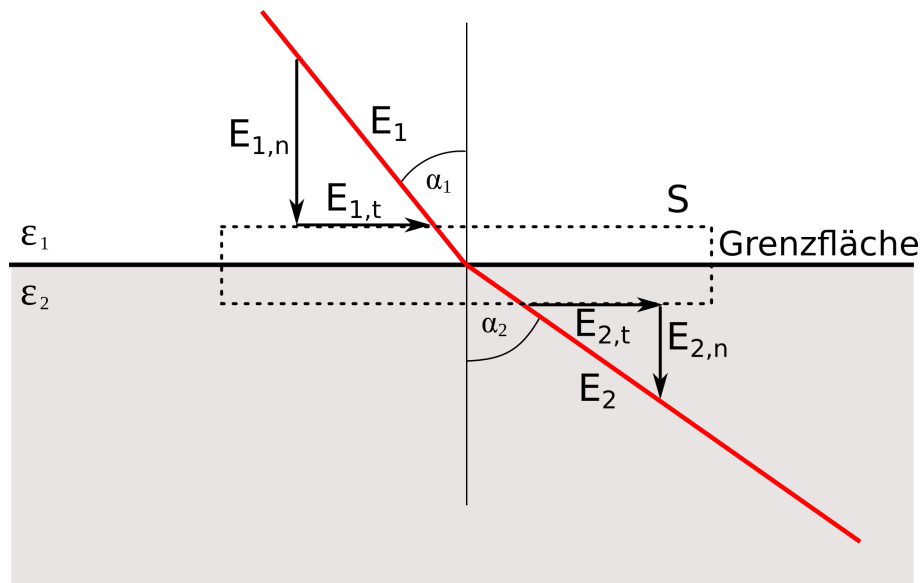
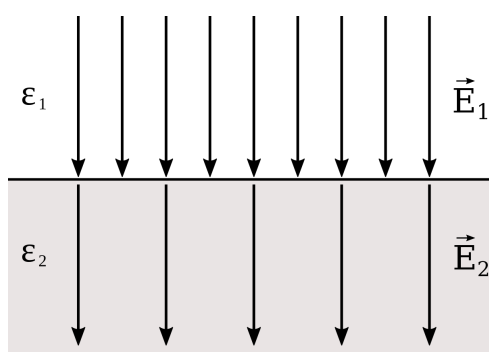
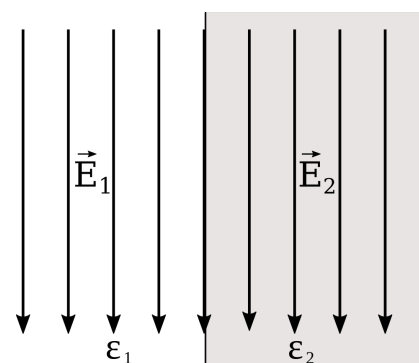


Abbildung 4.10.: Dargestellt ist eine Grenzfläche zweier Medien mit den Permittivitäten ϵ_{r1} und ϵ_{r2} , dabei ist $\epsilon_{r1} < \epsilon_{r2}$. Ein Feldvektor E_1 trifft unter dem Winkel α_1 auf die Grenzfläche auf. Der Feldvektor wird um den Winkel α_2 von der Grenzfläche weg in das zweite Medium gebrochen.



(a) Quer geschichtete Dielektrika



(b) Längs geschichtete Dielektrika

Abbildung 4.11.: Brechung der elektrischen Feldlinien an der Grenzfläche zwischen a) quer-geschichteten Dielektrika und b) längs-geschichteten Dielektrika.

4.3.4 Berechnung elektrischer Felder in Materie

Das Messsignal eines kapazitiven Sensors wird von vielen Parametern beeinflusst. Zum einen spielt die Geometrie der Elektroden eine zentrale Rolle. Zum anderen wirken sich auch weitere Dielektrika im Sensorbereich auf das Signal aus. Ziel ist es, den Sensor bzgl. seiner Sensitivität auf die zu messende Probe hin zu optimieren. Die theoretische Modellierung der Potentialflächen und Feldlinien des kapazitiven Sensors hilft bei der Optimierung. Die Feldverteilung kann mittels analytischer oder numerischer Verfahren bestimmt werden.

Schwarz-Christoffel Transformation

Ein analytisches Verfahren zur Berechnung der Kapazität koplanarer Elektroden ist die Schwarz-Christoffel Transformation^{68,69}. Die Transformation bildet die reelle x-Achse auf den Rand eines Polygons in der w -Ebene ab (Abb. 4.12). Jeder Punkt a_i auf der reellen Achse bildet einen Eckpunkt w_i des Polygons, der den Winkel α_i einschließt. Die obere Halbebene des Koordinatensystems wird auf den Raum in dem Polygon abgebildet

$$f(z) = K_1 \int \frac{dz}{(z - a_1)^{\frac{\alpha_1}{\pi}} (z - a_2)^{\frac{\alpha_2}{\pi}} \dots} + K_2 \quad (4.60)$$

Die konforme Abbildung einer Ebene auf ein Polygon ermöglicht die Transformation eines koplanaren Kondensators auf einen parallelen Plattenkondensator. Dies ist in Abbildung 4.13 dargestellt. Die koplanaren Elektroden liegen zwischen den Punkten $a_1 - a_2$ und $a_3 - a_4$ in der x -Ebene. Diese Punkte werden auf die Eckpunkte $w_1 - w_4$ eines Quadrates im uv -Raum abgebildet. Dadurch lässt sich in der uv -Ebene ein Plattenkondensator mit parallelen Elektroden zwischen den Punkten $w_1 - w_2$ und $w_3 - w_4$ bilden. Die Formel zur Berechnung der Kapazität des Plattenkondensators ist bekannt (Gl. 4.1) und kann durch die Rücktransformation auf den koplanaren Kondensator übertragen werden.

Für die Geometrie des MPS mit umlaufender Schirmfläche lässt sich keine Transformation finden, die die Elektrodenstruktur in eine analytisch lösbare Form überführen. Für die Berechnung der Feldverteilung und Kapazität des MPS wird daher auf die numerische Berechnungsmethode der Finiten Elemente zurückgegriffen. Im Folgenden werden die zwei verbreitetsten numerischen Methoden vorgestellt, die FDM (Finiten Differenzen Methode) und die FEM (Finiten Elemente Methode).

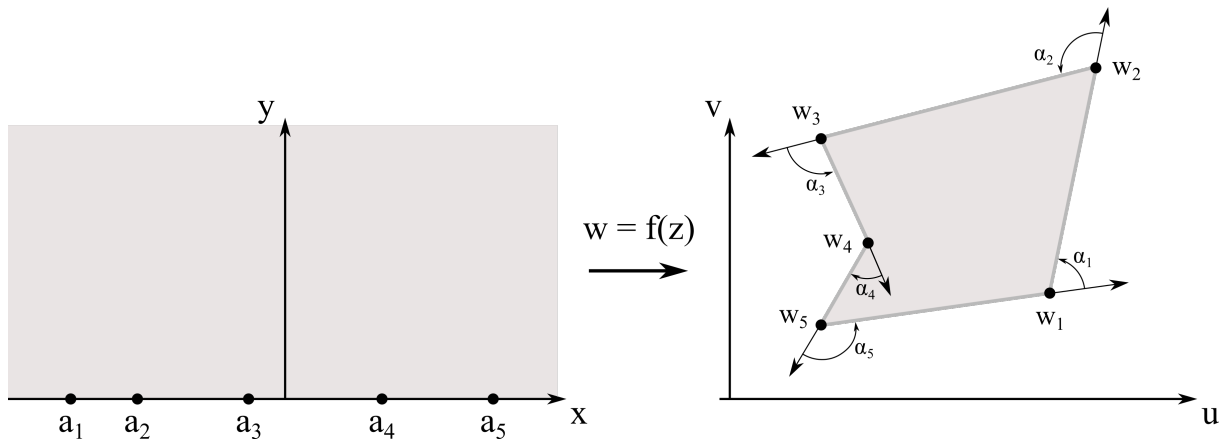


Abbildung 4.12.: Darstellung der konformen Schwarz-Christoffel Transformation. Der obere Halbraum des realen Systems wird auf das Innere eines Polygons in der w -Ebene abgebildet. Dabei bilden die Punkte a der x -Achse die Punkte w des Polygons.

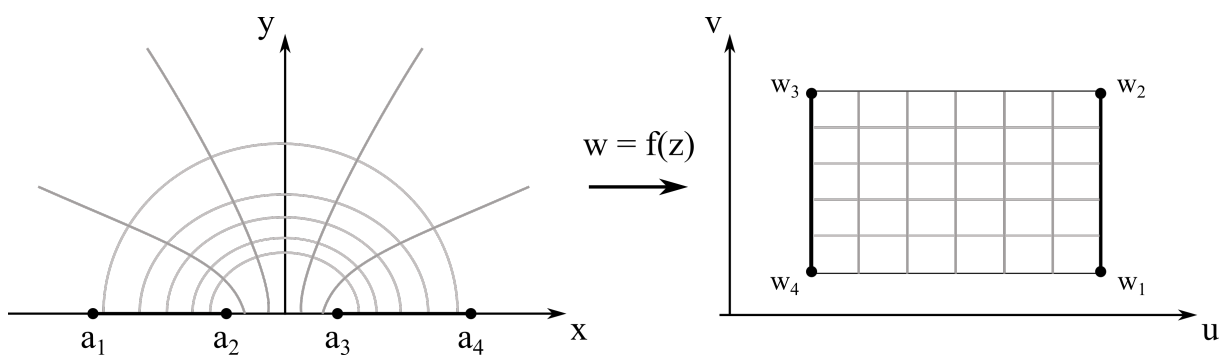


Abbildung 4.13.: Durch die Schwarz-Christoffel Transformation können zwei koplanar angeordnete Elektroden auf den bekannten Plattenkondensator abgebildet werden

Die Feldverteilung komplexer Elektrodengeometrien lässt sich nicht mehr analytisch berechnen. Es wird auf die Verwendung numerischer Näherungslösungen zurückgegriffen.

Die verbreitetsten numerischen Methoden sind die FDM (**F**initen **D**ifferenzen **M**ethode) und die FEM (**F**initen **E**lemente **M**ethode). Diese Methoden eignen sich im Besonderen für Systeme, die aus verschiedenen Materialien aufgebaut sind, in diesem Fall mehrere geschichtete Dielektrika. Auch können nichtlineare Materialien berücksichtigt werden. Beiden gemein ist auch, dass der gesamte zu untersuchende Feldraum diskretisiert werden muss. Die Art der Diskretisierung ist jedoch grundlegend unterschiedlich.

Finite Differenzen Methode

Bei der FDM (**F**initen **D**ifferenzen **M**ethode) wird ein regelmäßiges Gitter gebildet. Das Potential Φ_0 an einem Knoten kann als Funktion der Potentiale der Nachbarknoten formuliert werden⁶³

$$\Phi_0 = f(\Phi_1, \Phi_2, \dots, \Phi_n) . \quad (4.61)$$

Liegen die Knoten in Gebieten unterschiedlicher Materialien, werden die Potentiale mit der Permittivität gewichtet. Der Verlauf des Potentials wird dabei als Taylor-Reihe angenähert. Man erhält ein lineares Gleichungssystem für die diskretisierten Potentialfunktionen. Für die Lösbarkeit müssen alle Randpotentiale bekannt sein. Durch die Abbruchbedingung der Taylor-Reihe ergibt sich eine maximale Schrittweite der Gitterpunkte. Sie darf nur so groß gewählt werden, dass der Potentialverlauf noch ausreichend genau angenähert werden kann. Für inhomogene Felder, wie sie durch den MPS als koplanaren Kondensator erzeugt werden, müssen sehr feine Gittereinstellungen gewählt werden. Da der Feldraum mit einem gleichmäßigen Gitter überzogen wird, auch an Stellen mit geringer Feldveränderung, bedeutet dies eine enorm hohe Anzahl an Gitterelementen auf denen nach Lösungen gesucht werden muss.

Finite Elemente Methode

In dieser Arbeit wird daher die FEM (**F**initen **E**lemente **M**ethode) verwendet. Für die Diskretisierung werden im zweidimensionalen Raum meist Dreiecke und im dreidimensionalen Raum Tetraeder verwendet. Zum einen können durch solche Elemente Krümmungen in Grenzflächen besser abgebildet werden. Zum anderen kann die Feinheit der einzelnen Gitterelemente an die Homogenität des erwarteten Feldverlaufes angepasst werden. Der Rechenaufwand wird deutlich verringert, ohne Einbußen in der Genauigkeit zu erhalten⁶³. Die Potentiale Φ_i an den Knoten werden durch die Minimierung der gesamten Feldenergie berechnet. Für ein einzelnes Element lässt sich die Feldenergie als Funktion der Knotenpotentiale und deren Koordinaten beschreiben

$$W_i = f(\Phi_1, \Phi_2, \dots, \Phi_n; x_1, x_2, \dots, x_n) . \quad (4.62)$$

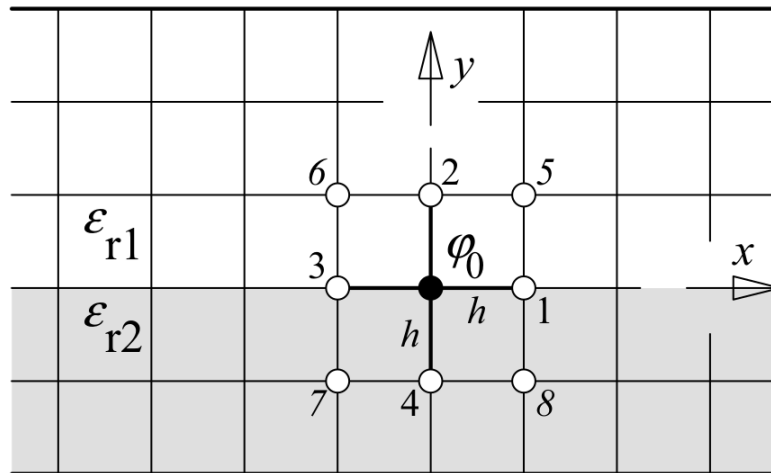


Abbildung 4.14.: Berechnung des Potentials Φ_0 im Punkt 0 nach der Finiten Differenzen Methode⁶³. Der Potentialpunkt Φ_0 sitzt auf der Grenzfläche zweier geschichteter Dielektrika. Der Raum ist mit einem gleichmäßigen Gitter versehen.

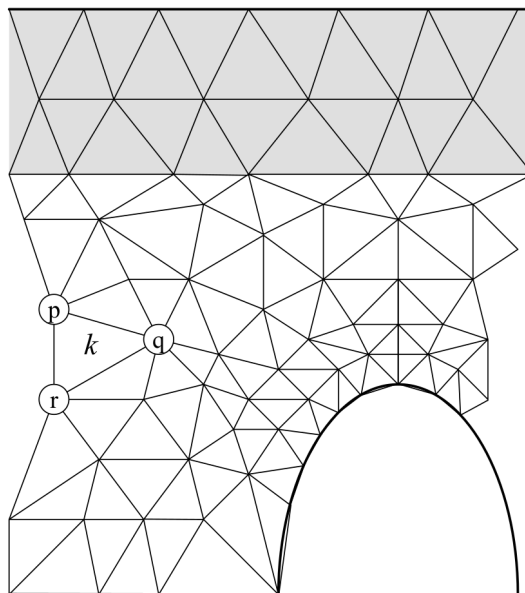


Abbildung 4.15.: Berechnung nach der Finite Elemente Methode⁶³. Der Feldraum wird mit einem Tetraeder förmigen Netz versehen und kann komplexen Grenzflächenverläufen Folgen. Die dichte der Gitterpunkte wird an den Homogenitätsgrad des Feldes angepasst.

Dafür wird der Potentialverlauf innerhalb eines Elements über die Knotenpotentiale interpoliert. Die gesamte Feldenergie erhält man aus der Summe der einzelnen Elementenergien.

$$W = \sum_{i=1}^n W_i \quad (4.63)$$

Minimiert wird das Energiefunktional indem die partiellen Ableitungen nach allen Knotenpotentialen gebildet werden und Null gesetzt werden

$$\frac{\partial W}{\partial \phi_1} = 0, \quad \frac{\partial W}{\partial \phi_2} = 0, \quad \dots, \quad \frac{\partial W}{\partial \phi_n} = 0. \quad (4.64)$$

Die Lösung dieses Gleichungssystems partieller Differentialgleichungen sind die Potentiale auf den Knoten. Prinzipiell ist auch hier die Kenntnis aller Randpotentiale Voraussetzung für die Lösbarkeit. Nicht bekannte Randpotentiale werden als Feldlinien interpretiert auf denen die Potentialflächen senkrecht stehen. Diese Eigenschaft muss bei der Wahl der Größe des Feldraums berücksichtigt werden. Der Feldraum muss groß genug gewählt werden, um feldverzerrende Effekte durch den Rand so gering wie möglich zu halten. Sie sollte auch nicht zu groß gewählt werden, da dies den Rechenaufwand erhöht. Eine weitere zu berücksichtigende Fehlerquelle ergibt sich aus der Interpolation des Potentialverlaufs in den Elementen. Durch zu große Elemente kommt es zu einer Fehlabschätzung des Potentialverlaufs. Besonders groß wird der Fehler bei linearen Interpolationsfunktionen. Daher werden Polynomfunktionen höherer Ordnung verwendet. Abhängig vom Grad des Polynoms erhöht sich auch der Rechenaufwand und es kann zu numerischen Instabilitäten kommen. Es muss sowohl für die Dimensionierung des Feldraumes, als auch für die Elementgrößen ein auf das Problem angepasstes Optimum gesucht werden, um bestmögliche Simulationsergebnisse zu erhalten. Auch wenn alle diese Bedingungen erfüllt sind, bleibt eine Simulation weiterhin ein Näherungsverfahren. Eine genaue Übereinstimmung mit experimentellen Daten ist selten realisierbar.

Der Ablauf einer FEM Simulation gliedert sich in drei Bereiche (Abb. 4.16). Im Pre-Processing wird das System aufgebaut und das zu lösende physikalische Problem definiert. Dazu wird die Geometrie definiert oder als CAD Modell importiert. Anschließend werden Materialeigenschaften gesetzt und die Randwerte des Potentials sowie bekannte Potentiale vorgegeben. Zum Abschluss wird das Gebiet vernetzt. Dabei hilft ein automatischer Netzgenerator. An wichtigen Stellen kann die Vernetzung manuell optimiert werden. Im zweiten Schritt wird ein geeigneter Solver gewählt. Zur Auswahl stehen direkte Verfahren nach dem Gauß-Algorithmus oder iterative Verfahren. Im dritten Schritt, dem Post-Processing wird die Lösung aufgearbeitet. Durch mathematische Operationen können abgeleitete Größen aus der Potentialverteilung berechnet werden. Die Lösung wird meist in Form von Potentialbildern dargestellt. Durch Überlagerung von Größen, wie z.B. Äquipotentialflächen und Feldlinien, können komplexe Zusammenhänge sichtbar gemacht werden.

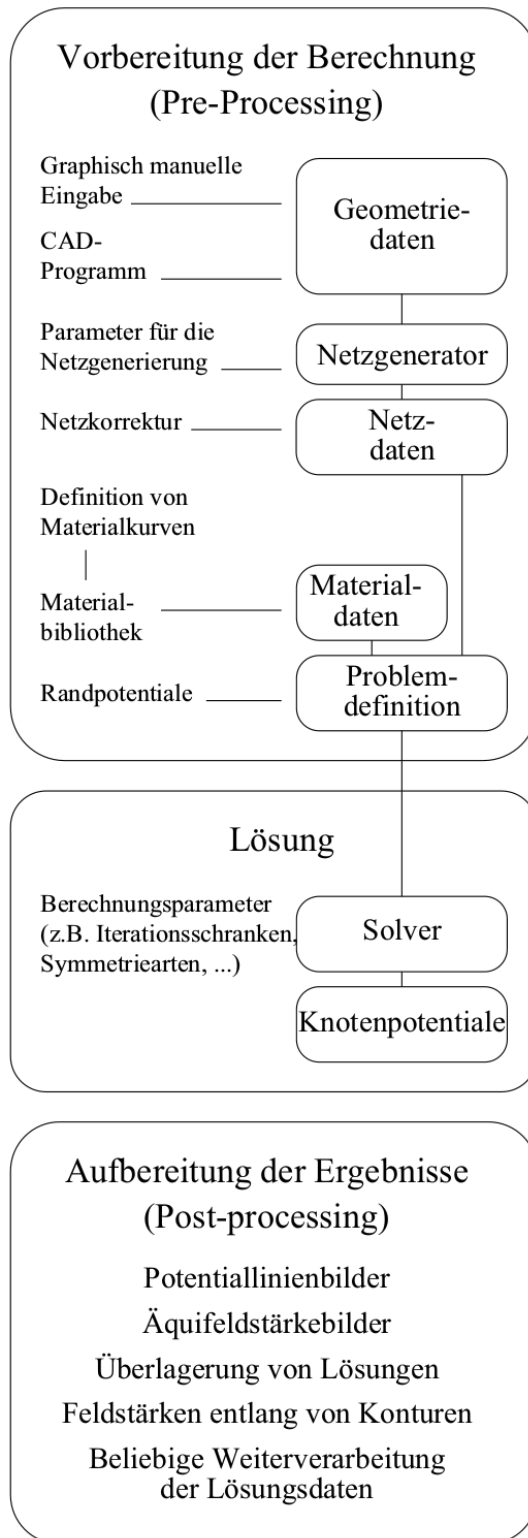


Abbildung 4.16.: Ablauf und Struktur einer Finite Elemente Simulation⁶³

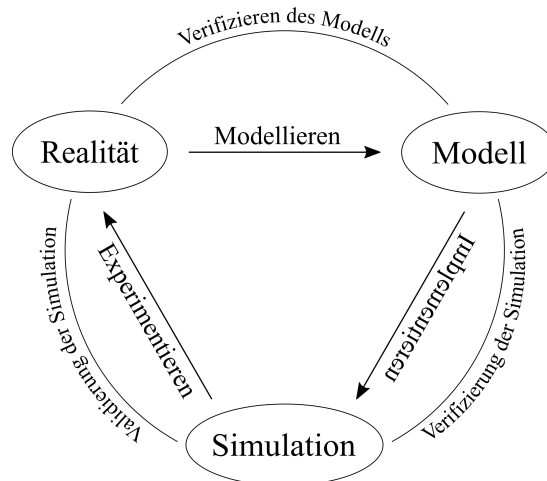


Abbildung 4.17.: Durch Reduktion und Vereinfachung wird aus einem realen System ein Modell abgeleitet, das in eine Simulationsumgebung implementiert werden kann. Die Simulationsergebnisse müssen durch reale Messungen, deren Ergebnisse experimentell zugänglich sind, Validiert werden, bevor experimentell unzugängliche Größen durch Simulationen gewonnen werden können.

Modellbildung

Grundlage einer Simulation bildet das Modell, eine Abbildung des realen zu betrachtenden Systems. Das Zusammenspiel von Modell, Simulation und realem System ist in Abbildung 4.17 skizziert.

Der Modellfindung liegen die Systemanalyse und nachfolgend die Abstraktion zu Grunde. Zunächst werden alle Komponenten des realen Systems identifiziert. Teile, die keinen Beitrag zur Problematik liefern, können vom Modell ausgeschlossen werden. Die relevanten Komponenten werden auf die wesentlichen Details hin abstrahiert. Oft sind für die Fragestellung nicht alle Details relevant. Einsparungen bezüglich der detailgetreuen Modellierung helfen, die anschließende Simulation zu vereinfachen. Der Grad der Idealisierung erfolgt im Rahmen einer Toleranzabschätzung und die Auswirkungen müssen bei der Bewertung der Güte der Simulation berücksichtigt werden. Ist dies gegeben, kann die Abstraktion im Modell zu besseren Simulationsergebnissen führen, da die Rechenkapazität auf die wesentlichen Wechselwirkungen fokussiert wird. Sind alle Komponenten gefunden, werden die Eingangsgrößen mit den Ausgangsgrößen über mathematische Funktionen verknüpft. Das mathematische Modell umfasst ein System von Gleichungen, meist gewöhnliche oder partielle Differentialgleichungen (vgl. Gl. 4.64). Sie beschreiben die Zustandsgrößen unter Berücksichtigung von Anfangswerten und Randbedingungen.

Der zweite Schritt ist die Implementierung. Das Modell wird in eine ausführbare Form, die Simulation überführt. Dazu dienen Simulationsprogramme, wie das in dieser Arbeit verwendete *Comsol Multiphysics*.

Im anschließenden Validationsprozess wird die Güte der simulierten Daten überprüft. Dazu eignet sich z.B. ein Vergleich mit experimentell zugänglichen Größen. Im Rahmen der gewählten Modelltoleranzen ergibt sich eine Korrelation der Daten. Durch iteratives Abgleichen der Ergebnisse von Modell und Experiment, wird das Modell solange angepasst, bis eine problemspezifische Genauigkeit der Simulation erreicht ist.



5 Aufbau des Sensors und Messstandes

Einsatzgebiet des Moving Plug Sensor (MPS) ist die Überwachung und Regelung von fluidischen Prozessen in mikrofluidischen Systemen. Im Bereich der Prozessregelung werden bereits eine Vielzahl elektrische Sensoren zur Bestimmung physikalischer Größen wie Temperatur, Druck oder Massenfluss eingesetzt. Die Sensoren übersetzen dabei die zu messenden Größen in ein elektrisches Signal. Das Signal kann analoger (wert- und zeitkontinuierlich) oder digitaler Natur (wert- und zeitdiskret) sein. Der MPS liefert ein analoges Signal. Dieses Signal wird zu einem digitalen Signal aufgearbeitet. Anschließend kann das digitale Signal mit einem Rechner verarbeitet werden, z.B. bzgl. der momentanen Flüssigkeitsposition oder Geschwindigkeit beim Überstreichen des Sensors.

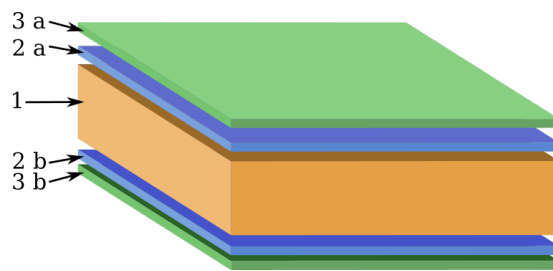
Dieses Kapitel beschäftigt sich im Folgenden mit der Umsetzung des kapazitiven Messverfahrens zur Positionsbestimmung von Phasengrenzen in mikrofluidischen Kanälen. Der konstruktive Aufbau des Sensors ist Inhalt des Kapitels 5.1, in dem neben dem Herstellungsverfahren auch mehrere Geometrievariationen vorgestellt werden, die sich in Signalstärke und Form unterscheiden. Der Messstand ist Inhalt des Kapitels 5.2. Hier wird sowohl auf die Bereitstellung des Anregungssignals und Verarbeitung des Messsignals eingegangen, als auch auf ein optisches Kontrollverfahren. Abschließend behandelt Kapitel 5.4 die verwendete Simulationsumgebung.

5.1 Das Sensorkonzept

5.1.1 Aufbau und Herstellung des Sensors

Es stehen verschiedene Technologien zur Herstellung kapazitiver Sensoren zur Verfügung. Der Anspruch an den MPS ein günstiges und präzises, externes Bauteil zu sein, schränkt die Auswahl ein. Das kommerzielle Verfahren zur Herstellung von Leiterplatten erfüllt die Anforderungen. Hier ist eine konstante Qualität gewährleistet und durch Massenfertigungsverfahren belaufen sich die Kosten auf wenigen Cent pro Stück. Zudem kann die Geometrie leicht an spezielle Bedingungen des mikrofluidischen Kanals angepasst werden. Die Grundlage des Sensors ist eine zweilagige PCB-Leiterplatte und ein einzelner MPS hat eine Kantenlänge von 1 cm. Daher können auf einer PCB-Leiterplatte mehrere Sensoren strukturiert und anschließend vereinzelt werden. In Abbildung 5.1a ist der geschichtete Aufbau des Sensors schematisch dargestellt. Die Schichtdicken sind in Tabelle 5.1b aufgeführt.

Die Grundlage des MPS, die zweilagige PCB-Leiterplatte besteht im Inneren aus einem Träger 5.1a(1) aus einem elektrisch isolierenden glasfaserverstärkter Kunststoff, als FR4 bezeichnet. FR4 zeichnet sich durch eine gute Kriechstromfestigkeit und geringe Wasseraufnahme aus. Die Dicke des Trägers beträgt 1,5 mm mit einer Toleranz



(a) Schichtaufbau des Sensors

Nr	Material	Dicke
1	FR4	1,5 mm
2 a,b	Kupfer	35 μm
3 a,b	Stopplack	10 μm

(b) Dicke der Schichten

Abbildung 5.1.: Schematische Darstellung der Lagen der zweiseitigen Sensorplatine. Die mittige Schicht (1) besteht aus 1,5 mm dickem FR4. Symmetrisch auf beiden Seiten (2 a,b) ist eine Lage 35 μm dickes Kupfer. Die Kupferlage wird durch eine 10 μm dicke Stopplackschicht (3 a,b) abgeschlossen.

von 130 μm (Tabelle 5.1b). Beidseitig auf dem Träger befindet sich eine Kupferschicht (2a,b). Die Dicke der Kupferschicht beträgt 35 μm . Darauf werden die Elektroden durch ein fotochemisches Verfahren strukturiert. Zur Isolierung gegen äußere Störquellen wird die strukturierte Kupferschicht jeweils durch eine 10 μm dicke Stopplackschicht (3 a,b) geschützt.

Die Elektroden auf dem Sensorkopf werden durch ein fotochemisches Verfahren hergestellt. Dazu wird eine dünne Schicht lichtempfindlichen Fotolacks auf die Kupferschicht aufgetragen. Anschließend wird der Chip mit einer Maske entsprechend der Elektrodengeometrie belichtet.

Es kann entweder Positiv- oder Negativlack verwendet werden. Je nach verwendetem Fotolack sind nun die belichteten oder die unbelichteten Bereiche des Lacks löslich. Dazu wird eine entsprechende Entwicklerlösung verwendet. In dem folgenden Ätzbad schützen die zurückbleibenden Fotolackbereiche die Kupferschicht. An den freien Stellen wird das Kupfer aufgelöst und die Kupferschicht entsprechend strukturiert. Als Schutz vor einer Oxidation der Elektroden, werden diese mit Gold beschichtet. Der zum Schluss aufgetragene Lötstopplack bedeckt alle Flächen, mit Ausnahme der Lötstellen und Messelektroden. Er dient der Minderung von Lötfehlern und isoliert die Leiterbahnen. Die Explosionszeichnung in Abbildung 5.2 zeigt die Struktur der Schichten im Detail.

Die Schnittbilder 5.2 A-A und B-B zeigen die Kontaktierung der Elektroden. Die elektrisch leitenden Schichten sind mit einer dunklen Schraffur gegen die Isolationslagen mit heller Schraffur hervorgehoben. Die Schirmflächen auf Vorder- und Rückseite sind durch röhrenförmige Durchkontaktierungen an den Ecken galvanisch verbunden (B-B). Über die mittig liegenden Durchkontaktierungen werden die Messelektroden mit den Signal-Lötplatte auf der unteren Kupferlage verbunden. An der Lötstelle 1 werden die Signal-Lötplatten mit dem Signalkontakt des HF-Koaxialkontakts verbunden. Dadurch herrscht zwischen der Messelektrode und dem Signal-Pin ein galvanischer Kontakt. Der Schirmkontakt des HF-Koaxialkontakts ist an der Lötstelle 2 mit der Schirmfläche verbunden.

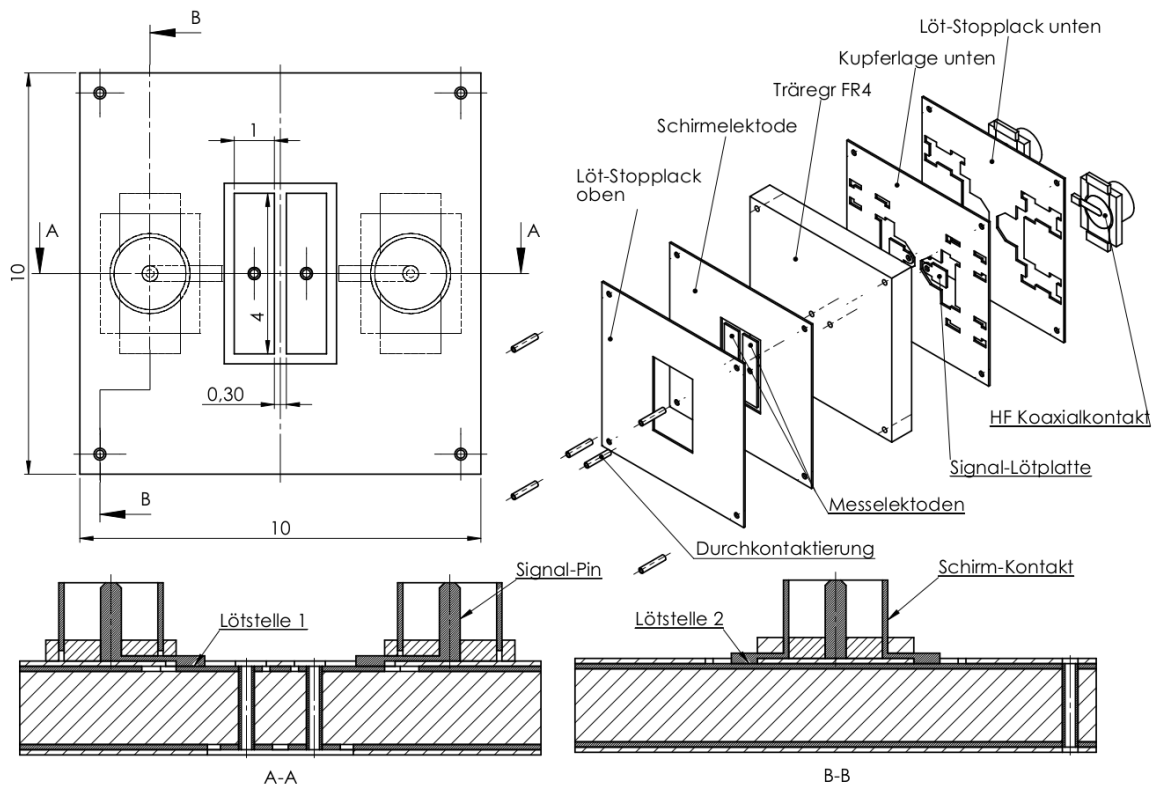


Abbildung 5.2.: Explosionszeichnung, Aufsicht und Schnittbilder des MPS⁷⁰

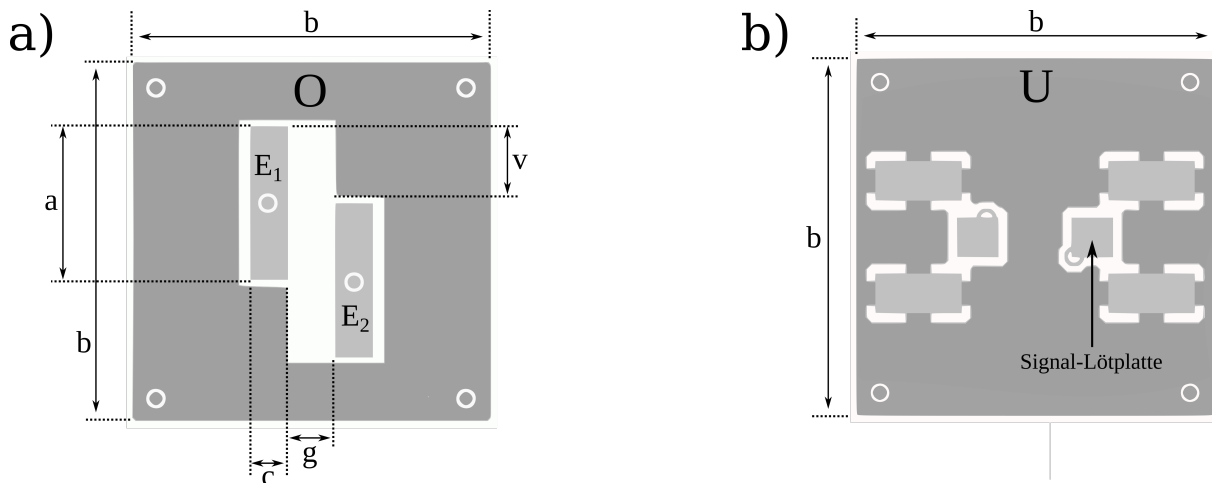


Abbildung 5.3.: Schematische Darstellung der strukturierten Kupferlagen auf Ober- und Unterseite. Oberseite (a): zwei rechteckige Basiselektroden (E_1 , E_2) mit Länge a und Breite c , der Versatz der Elektroden beträgt v und der Abstand g zueinander. Die Basiselektroden sind von einer rechteckigen Abschirmelektrode (O) umgeben mit der Kantenlänge $b = 0,9 \text{ cm}$. Unterseite (b): Lötflächen für HF-Koaxialkontakte und rückseitige Schirmelektrode (U). An den Ecken sind beide Seiten durchkontaktiert.

5.1.2 Geometrie der Elektroden

Der MPS detektiert die vorbeifließende Phasengrenze zweier Stoffe im Mikrokanal durch den Unterschied in der Permittivität und Leitfähigkeit beider Medien. Dies geschieht über ein System aus mehreren kapazitiv gekoppelten Elektroden auf der Oberseite des Sensorkopfes (Abb.5.3a). Die Anschlüsse der Elektroden werden auf der Rückseite des Sensorkopfes angebracht (Abb.5.3b).

Auf der Oberseite befinden sich mittig die Basiselektroden (E_1, E_2). Sie haben die Breite a und die Länge c . Die Elektroden sind durch einen Abstand g voneinander getrennt und haben einen Versatz v zueinander. Die Größen a, b, g und v stellen Geometrieparameter dar, deren Variation Grundlage der Optimierung des Sensorkopfes darstellen. Eine dritte Elektrode (O) umgibt die Basiselektroden mit einer Kantenlänge von $b = 0,9\text{ cm}$. Die Oberseite besteht somit aus einem System aus drei Elektroden.

Auf der Rückseite des Sensorkopfes befindet sich eine weitere flächige Elektrode (U) mit Lötstellen für die Kontaktierung der Elektroden. Die rückseitige Elektrode U ist mit der Elektrode O an den vier Ecken durchkontaktiert (Abb.5.3). Die Messelektroden sind auch auf der Rückseite auf Lötstellen durchkontaktiert. Die Messelektroden werden über zwei Anschlüsse an die Messelektronik angeschlossen. Die Elektroden O und U sind mit den Erdungskontakten dieser Anschlüsse verbunden.

Zur Charakterisierung des Sensorsignals werden unterschiedliche Elektrodengeometrien in dieser Arbeit untersucht. Die Strukturen sind in Abbildung 5.4 aufgeführt. Zu jeder abgebildeten Struktur existieren Sensoren mit unterschiedlichem Elektrodenabstand. Die Sensoren sind nach dem Schema Dy/x durchnummeriert. Dabei bezeichnet y die Familie und x den Elektrodenabstand. Die Sensoren mit Bezeichnung D1/x stellen die Grundstruktur dar. Mit diesen wird die Charakterisierung des Sensorsignals in dieser Arbeit vorgenommen. Für die Sensoren D4/x-D2/x sind die Elektroden zueinander versetzt und die Breite der Elektroden beträgt 1 mm , $0,5\text{ mm}$ und $0,25\text{ mm}$. Bei den Sensoren D7/x-D9/x ist die Anzahl der Elektroden verändert. Der wichtigste Parameter ist der Abstand der Elektroden g . Die verwendeten Abstände betragen $160\text{ }\mu\text{m}$, $300\text{ }\mu\text{m}$, $600\text{ }\mu\text{m}$, $1200\text{ }\mu\text{m}$ und $2400\text{ }\mu\text{m}$.

Bedingt durch die Herstellung weisen die Elektrodenstrukturen Abweichungen zu den geplanten Abmessungen auf. Für die genaue Untersuchung des Signals wurden die Strukturen der D1/x Familie verwendet und die Geometrie dieser Sensoren vermessen. Da die erste Generation Sensoren während der Untersuchungen zerstört wurde um Messungen ohne Schirmelektrode oder verändertem Abstand zur Schirmelektrode zu ermöglichen, wurde eine zweite Generation Sensoren mit gleicher Struktur angefertigt. In Tabelle 5.1 sind die Maße der Elektroden und Abstände aufgeführt. Die Sensoren erster Generation sind mit D_1 gekennzeichnet, die der zweiten mit D_2 .

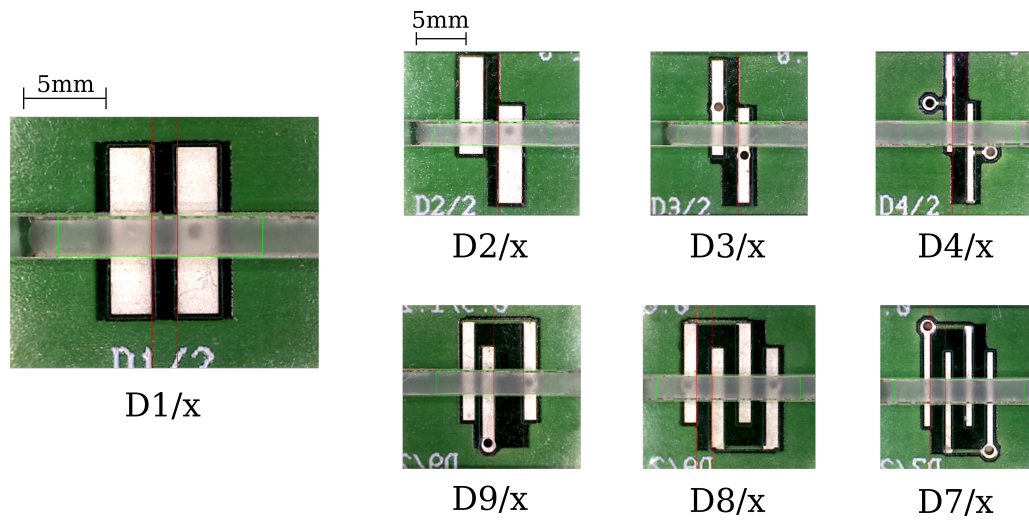


Abbildung 5.4.: Aufnahmen der unterschiedlichen untersuchten Elektrodengeometrien des MPS

Tabelle 5.1.: Maße der Elektroden verschiedener Ausführungen des MPS. Die Sensoren erster Generation sind mit D_1 gekennzeichnet und die Sensoren zweiter Generation mit D_2 .

Bezeichnung	Gap	Elektrodenbreite	Abstand zur Schirmung
	μm	μm	μm
$D_1 1/1$	336 ± 3	960 ± 6	278 ± 36
$D_1 1/2$	644 ± 0	970 ± 10	342 ± 4
$D_1 1/3$	1241 ± 6	966 ± 4	294 ± 5
$D_1 1/4$	2439 ± 1	971 ± 2	186 ± 8
$D_1 1/5$	187 ± 7	989 ± 18	167 ± 21
$D_2 1/1$	226 ± 2	930 ± 2	239 ± 1
$D_2 1/2$	376 ± 2	924 ± 1	242 ± 6
$D_2 1/3$	683 ± 2	925 ± 5	236 ± 2
$D_2 1/4$	1083 ± 2	927 ± 3	231 ± 1

5.2 Das Messsystem

5.2.1 Die Mess- und Regelinstrumente

Abbildung 5.5 zeigt den schematischen Aufbau des Messstandes. Das verwendete Messsystem besteht aus mehreren Mess- und Regelinstrumenten. Die Instrumente lassen sich in drei Gruppen unterteilen.

Analyseeinheit: Die erste Gruppe bilden ein Impedanzspektrometer und ein handelsüblicher Computer. Das Impedanzspektrometer liefert zum einen die Anregungsspannung, zum anderen nimmt es das elektrische Signal des kapazitiven Sensors auf und vergleicht Betrag und Phase des Anregungs- und Antwortsignals. Der Computer übernimmt die Steuerung des Impedanzspektrometers. Er kommuniziert über einen *General Purpose Interface Bus* (kurz GPIB IEEE 488-Schnittstelle) mit dem Spektrometer. Für die Steuerung der Messung am Spektrometers wird eine eigene Software verwendet, die in C++ erstellt ist (Anhang B.1). Der Computer steuert über das gleiche Programm die optische Messung mit der Kamera. Auch die Spritzenpumpe wird vom Computer gesteuert.

Fördereinheit: Die Flüssigkeit wird mittels einer Spritzenpumpe durch den Kanal gepumpt. Verwendet wird eine vom Fraunhofer ICT-IMM hergestellte Pumpe mit drei getrennt ansteuerbaren Spritzenhalterungen. Der Kolben der Spritzen wird durch einen elektrischen Motor über ein Schraubgewinde vor- und zurück bewegt. Die Pumprate und das Pumpvolumen werden über ein LabView Programm eingestellt und gesteuert.

Messeinheit: Zur Messeinheit gehören zum einen die Messzelle und zum anderen eine Kamera für eine optische Messung. Beide Messinstrumente detektieren die Phasengrenze zwischen der Flüssigkeitssäule und der Luft im Mikrokanal.

Der MPS befindet sich in einer Halterung die unter der mikrofluidischen Kartusche befestigt ist. An den MPS wird über das Impedanzspektrometer eine Wechselspannung angelegt und das Antwortsignal aufgenommen. Passiert die Phasengrenze den Sensor, kann eine Änderung im Signal gemessen werden.

Über der Kartusche ist eine Kamera angebracht. Mithilfe der Steuersoftware des Impedanzspektrometers wird zu jedem kapazitiven Messpunkt ein Bild mit der Kamera aufgenommen. Die Software analysiert die Bildpixel und erkennt durch einen Vergleich aufeinanderfolgender Bilder die sich bewegende Phasengrenze. Die Position der Phasengrenze in Pixel wird zusammen mit den kapazitiven Messwerten gespeichert. Die Messdaten werden im Anschluss mit einem Python-Script analysiert (Anhang B.2).

Im folgenden wird nun im Detail auf die Analyse- und Messeinheit eingegangen.

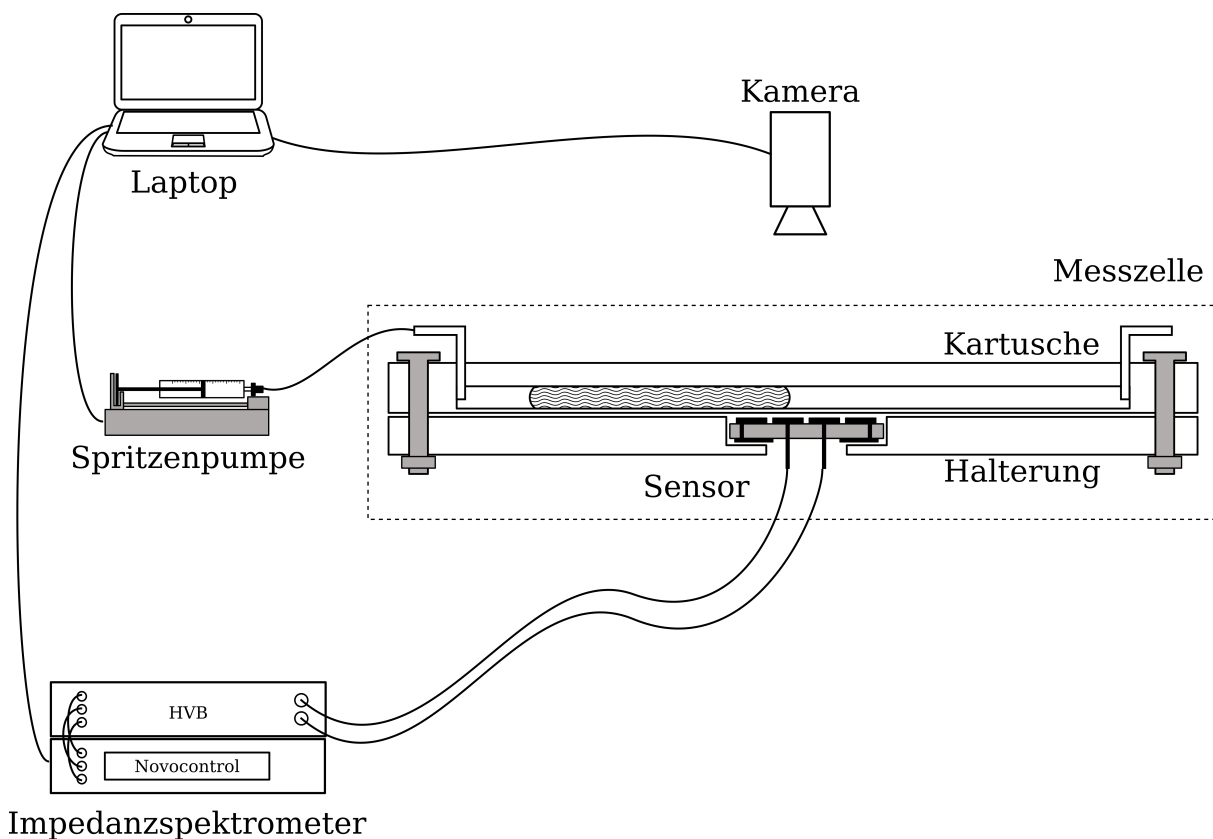


Abbildung 5.5.: Übersicht der Komponenten des Versuchsaufbaus. Über einen Laptop werden eine USB Mikroskopkamera, eine IMM Spritzenpumpe und das Novocontrol Impedanzspektrometer Alpha-A mit Hight Voltage Booster 300 gesteuert. Die Messzelle besteht aus dem Sensorkopf, der an das Impedanzspektrometer angeschlossen ist und darüber der Kartusche mit den Mikrokanälen.

5.2.2 Die Messzelle

Für die Messungen wurden zwei unterschiedliche Messzellen verwendet. Zunächst wurde mit einer einfachen Messzelle gearbeitet, bestehend aus einer Kartusche mit sechs Kanälen und einer Halterung mit jeweils einer separaten Haltetasche zur Positionierung der Sensoren unter jedem der sechs Kanäle. Diese Messzelle wurde weiterentwickelt, sodass zum einen der MPS längs zum Kanal frei verschiebbar ist und zum anderen die Kamera zur Referenzmessung in den Aufbau fest integriert ist - daher wird diese Messzelle fortan als Optik-Messzelle bezeichnet.

In Abbildung 5.6 sind die Komponenten der ersten Messzelle dargestellt. Die Teilabbildung 5.6 a zeigt den Aufbau der Messzelle. Das oberste Element ist die mikrofluidische Kartusche (Abb.5.6 a (1)). Standardmäßig sind die Kartuschen aus Polymethylmethacrylat (kurz PMMA, umgangssprachlich Acrylglas oder Plexiglas) gefertigt. Nebeneinander sind sechs gerade Kanäle in die Kartusche gefräst. Durch Verwendung eines zylinderförmigen Bohrkopfes hat der Kanal einen rechteckigen Querschnitt von 1 mm^2 . Die Rauigkeit der Oberfläche durch das Fräsen beträgt um die 100 nm ⁷¹. Die nach dem Fräsprozess zurückbleibenden Grate werden unter einem Mikroskop mit einem Skalpell entfernt.

Einige der Kanäle werden zusätzlich mit einem Filzstück poliert, um die Benetzungseigenschaften zu verbessern. In der Literatur findet man für den Kontaktwinkel von Wasser auf PMMA $73^\circ \pm 3^\circ$ ⁷². PMMA liegt an der Grenze zwischen hydrophilem und hydrophobem Verhalten. Die Oberflächenrauigkeit verstärkt den Benetzungscharakter hin zu hydrophilem Verhalten, wie in Kapitel 2.2 dargelegt. Durch das Polieren mit Filz, wird die Rauigkeit gemindert. In diesen so behandelten Kanälen wird ein hydrophobes Verhalten der Phasengrenze beobachtet. In Kapitel 5.2.4 über die optische Referenzmessung werden die Formen der Phasengrenze noch einmal genauer behandelt.

Die Kanalenden sind durchgebohrt. In diese Bohrungen sind gebogene Spritzenkanülen mit einem Durchmesser von $1,5\text{ mm}$ befestigt. Sie werden mit einem 2-Komponenten-Kleber fixiert. Auf die Kanülen werden Teflonschläuche aufgesteckt die an einem der Kanalenden zur Spritzenpumpe führen. Am anderen Kanalende führt der Schlauch zu einem Auffangbehälter. Die verwendete Spritzenpumpe ist ein vom Fraunhofer ICT-IMM entwickeltes Modell.

Die durch das Fräsen offene Seite des Kanals wird mit einer Deckelfolie verschlossen (Abb.5.6 a (6)). Hierzu werden adhäsive PCR Folien von *Thermo Scientific* verwendet. Diese haben eine selbstklebende Beschichtung. Auf der Oberfläche der Folie sind Mikrokapseln aufgebracht. Beim Aufbringen der Folie wird der Kleber durch den äußeren Druck freigesetzt. Die Dicke der Folie beträgt $110\text{ }\mu\text{m}$ einschließlich der adhäsiven Klebeschicht. Damit sich Folie und Kartusche dicht verbinden, wird die Kartuschenoberseite vorher mit Isopropanol von Fetten gereinigt und mit Stickstoff getrocknet.

Unter der mikrofluidischen Kartusche ist eine zweite Platte aus PMMA angebracht (Abb.5.6 a (2)). In die Platte sind sechs rechteckige Aussparungen gefräst. In diese kann der MPS gelegt werden (Abb.5.6 a (3)). Die Aussparungen sind nicht vollständig durch das Material gefräst, es bleibt am Boden eine Auflagefläche für den Sensor. Zur Kontaktierung des MPS sind in die Auflagefläche zwei Löcher gefräst (Abb.5.6 b). Die Aus-

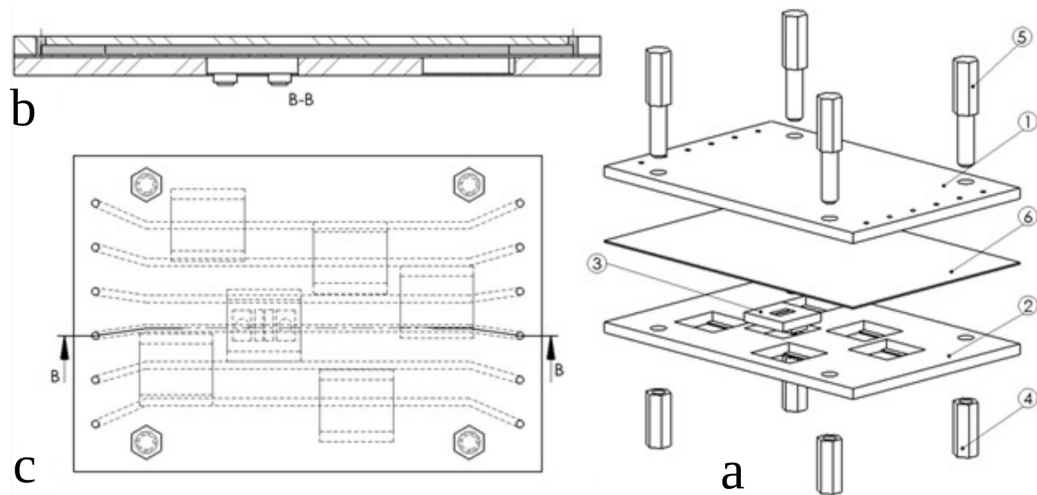


Abbildung 5.6.: Explosionsansicht der ersten, einfachen Messzelle⁷⁰

Tabelle 5.2.: Liste der Komponenten der einfachen Messzelle

Pos. Nr	Anzahl	Einheit	Benennung	Werkstoff
1	1	Stück	Kartusche	PMMA
2	1	Stück	Halter	PMMA
3	1	Stück	Sensor	PMMA
4	4	Stück	Mutter	
5	4	Stück	Schraube	
6	1	Stück	Folie	PMMA
7	12	Stück	Kanülen	Edelstahl

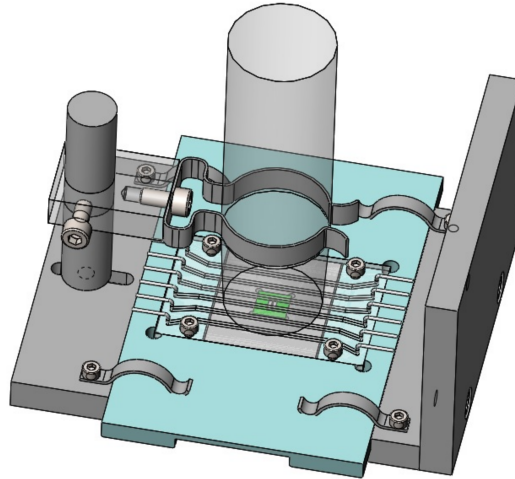


Abbildung 5.7.: Schematische Darstellung der Optik-Messzelle mit Kamerahalterung⁷⁰. Die mikrofluidische Kartusche kann über dem Sensor frei in einer Richtung verschoben werden, sodass wahlweise einer der sechs Kanäle der Kartusche über dem Sensor positioniert ist. Die Kamera befindet sich stets zentriert über dem Sensor.

sparungen sind so angeordnet, dass unter jedem der sechs Kanäle der mikrofluidischen Kartusche der Sensor positioniert werden kann (Abb.5.6 c)

Sowohl die mikrofluidische Kartusche, als auch die Halterungsplatte sind an den vier Ecken mit Bohrungen versehen. Darüber werden die Kartusche und die Halterungsplatte miteinander verschraubt. Die Muttern bilden dabei gleichzeitig die Standfüße und gewähren einen Abstand zwischen Sensor und Messtisch.

Die Konstruktion der Halterung gewährleistet ein gleichbleibendes Positionieren des Sensors relativ zum Kanal. In Tabelle 5.2 sind alle für diese einfache Messzelle verwendeten Materialien aufgeführt.

Bei dieser ersten Messzelle wird die Kamera mit ihrem Standfuß gesondert über dem Kanal positioniert. Um den Sensor zu wechseln muss die komplette Messzelle auseinander genommen werden. Zudem sind die Positionen des Sensors unter einem Kanal vorgegeben. Um hier einen flexibleren Einbau des Sensors zu ermöglichen wurde die Optik-Messzelle angefertigt mit integrierter Halterung für die Kamera⁷⁰. Eine schematische Darstellung ist in Abbildung 5.7 zu sehen. Die mikrofluidische Kartusche kann über dem Sensor frei in einer Richtung verschoben werden, sodass wahlweise einer der sechs Kanäle der Kartusche über dem Sensor positioniert ist. Die Kamera befindet sich dabei stets zentriert über dem Sensor. Im Folgenden wird genauer auf die Konstruktion eingegangen.

In Abbildung 5.8 ist die Explosionsansicht der Optik-Messzelle dargestellt. Die Basis der Messzelle bildet die Halterung in die der Sensor (8) eingesetzt ist. Sie besteht aus mehreren Bauteilen (12,14,9). Auf dem Bauteil (9) wird ein Schlitten (15) aufgesetzt. In diesen Schlitten wird die mikrofluidische Kartusche (5) eingelegt und mit vier Schrauben an den Ecken befestigt. Der Schlitten mit der Kartusche kann gegen den Sensor entlang der Schiene verschoben werden. Dadurch können alle sechs Kanäle einzeln über dem Sensor positioniert werden. Der Schlitten wird mit Klemmen auf die Schiene

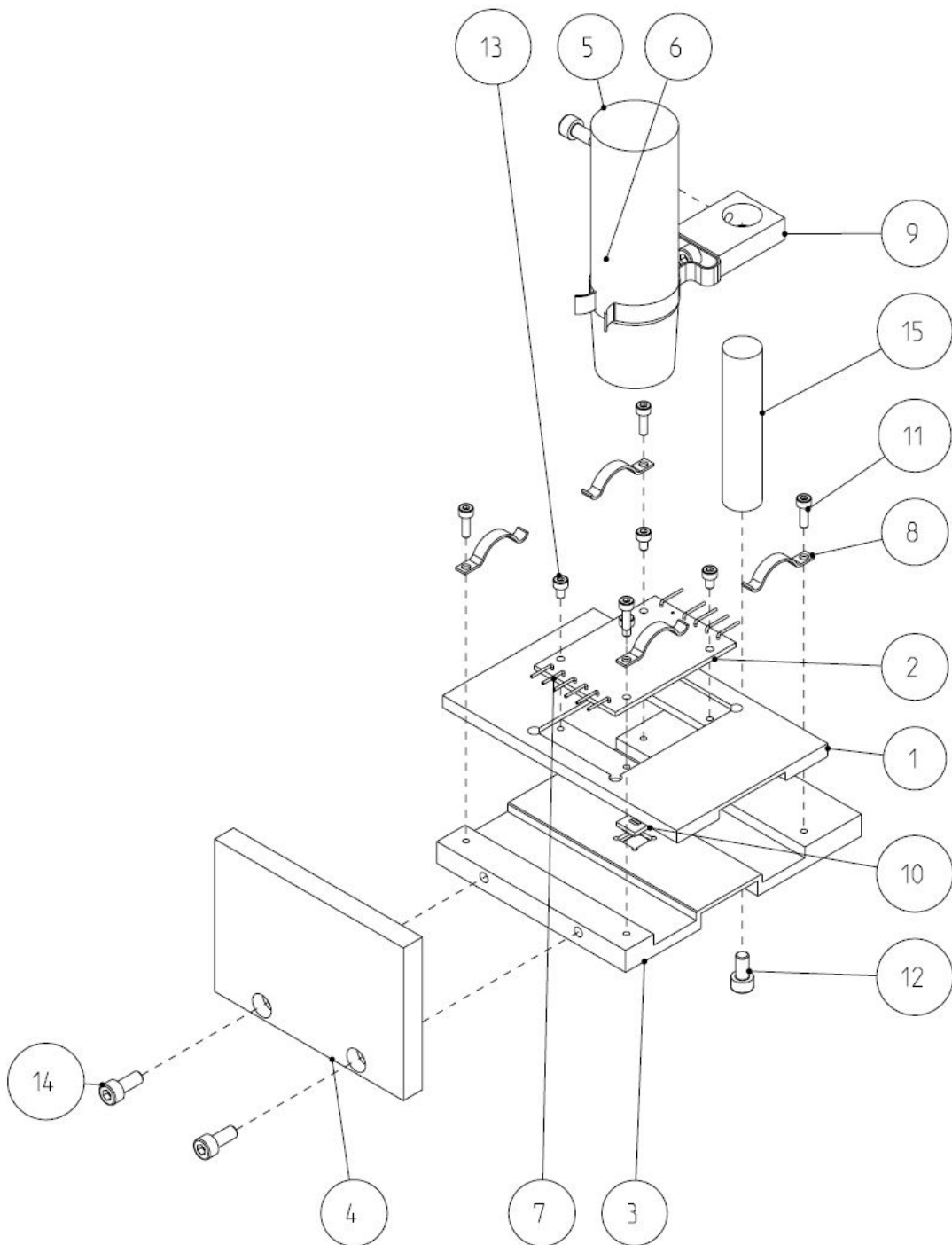


Abbildung 5.8.: Explosionsansicht der Optik-Messzelle mit Kamerahalterung⁷⁰

Tabelle 5.3.: Liste der Komponenten der Messzelle mit Kamerahalterung

Pos. Nr	Anzahl	Einheit	Benennung	Werkstoff
1	1	Stück	Schlitten	PMMA
2	1	Stück	Kartusche	
3	1	Stück	Schiene	PMMA
4	1	Stück	Stütze	PMMA
5	2	Stück	Schraube M5 x 10	
6	1	Stück	Kamera	
7	12	Stück	Kanülen	Edelstahl
8	4	Stück	Klemmen	Metall
9	1	Stück	Kamera- Halter	PMMA, Me- tall
10	1	Stück	Sensor	
11	4	Stück	Schraube M3 x 8	
12	1	Stück	Schraube M5 x 12	
13	4	Stück	Schraube M3 x 5	
14	2	Stück	Schraube M5 x 12	
15	1	Stück	Stativ	PMMA

gedrückt, um eine gute Kontaktierung zwischen Kartusche und Sensor zu erhalten. Die Klemmen werden mit den Schrauben (10) des Schienenteils festgehalten. Ebenfalls auf der Schiene befindet sich ein zylindrischer Stab, als Stativ (16), an dem die Kamera (1) mittels einer Halterung (3) festgeschraubt wird. Dadurch sitzt die Kamera immer mittig über dem Sensor und es wird eine gute Ausleuchtung durch die in der Kamera integrierten LED gewährleistet. In Tabelle 5.3 sind die verwendeten Bauteile aufgelistet.

5.2.3 Das Impedanzspektrometer

Um die verschiedenen Geometrien der Elektroden des Sensorkopfes auf ihre Funktionalität bzgl. der exakten Detektion von Phasengrenzen hin zu untersuchen, wird im Versuchsaufbau auf ein kommerzielles Messsystem zurückgegriffen. Es wird das Impedanzspektrometer *Alpha-A Analyzer* der Firma *NovoControl* verwendet. Es liefert die Anregungsspannung und nimmt das Antwortsignal des Sensors auf. Der Spannungsbereich wird durch den *High Voltage Booster 300*, kurz HVB300, erweitert. Damit kann im Frequenzbereich von $3\text{ }\mu\text{Hz}$ bis 1 MHz eine Anregungsspannung von $\pm 150\text{ V}$ eingestellt werden. Abbildung 5.9 zeigt schematisch den *Alpha-A Analyzer* mit HVB300. Die beiden Geräte sind über drei BNC-Koaxialstecker an den Anschlüssen *GEN*, *V1* und *V2* verbunden. Der HVB300 ist mit zwei Kabeln mit dem Sensorkopf in der Messzelle verbunden. Über den *300 Vp Out* Anschluss wird das Anregungssignal auf den Sensorkopf gegeben und über *Current In* das Antwortsignal aufgenommen. Das Impedanzspektrometer hat BNC Buchsen als Ein- und Ausgang. Diese können nicht direkt mit Anschlüssen des MPS verbunden werden. Die Anschlusskabel des Impedanzspektrometers wurden über Adapter und ein Verlängerungsstück mit dem Sensor verbunden.

Der *Alpha-A Analyzer* verfügt über eine programmierbare *General Purpose Interface Bus* (kurz GPIB IEEE 488-Schnittstelle). Darüber kann das Impedanzspektrometer von einem externen Computer mit einer GPIB-Karte gesteuert werden. Zum Impedanzspektrometer gehört die Steuersoftware *Win-Deta*. Sie ist an die Verwendung der *NovoControl* eigenen Messzellen angepasst. Es lassen sich Geometrieparameter für parallele oder interdigitale Elektroden definieren. Das primäre Messsignal wird mit der aus den Parametern berechneten Leerkapazität und Zellkonstante korrigiert. Durch Kalibrierungs- und Referenzmessungen werden Kabeleinflüsse von der Software herausgerechnet. Diese Korrekturfunktionen können nicht vollständig abgeschaltet werden. Die Geometrie des MPS weicht von den *NovoControl* Messzellen ab und lässt sich nicht durch die Parameter der Software beschreiben. Daher wird eine eigene Software verwendet, die mehr Kontrolle über die Messparameter bietet. *NovoControl* stellt dafür spezielle GPIB-Befehle für den *Alpha-Analyzer* bereit. Ein Ablaufschema des Programms befindet sich im Anhang in Abbildung B.1.

Um die sehr geringen Kapazitäten messen zu können, sind in dem Impedanzspektrometer sehr kleine Referenzkondensatoren verbaut. Diese sind aufgrund der geringen Kapazität stärker anfällig für Kapazitätsschwankungen durch Temperaturänderungen am Spektrometer. Daher zeigen die Messungen mit dem Impedanzspektrometer stets einen leichten Temperaturdrift. Nach Einschalten des Geräts zeigt sich ein nicht zu vernachlässigender Temperaturdrift, da sich das Messgerät durch den Betrieb erwärmt. In Abbildung 5.10 ist die Kapazität eines offen liegenden MPS über eine halbe Stunde gemessen, aufgetragen. In den ersten 15 min nach Einschalten des Spektrometers, steigt die Kapazität kontinuierlich. In dieser Zeit wärmt sich das Gerät durch den Betrieb auf. Danach wird ein annähernd konstanter Wert gemessen, mit Schwankungen im Schnitt um $0,25fF$. Stärkere Abweichungen um $0,5fF$ werden durch Schwankungen der Temperatur im Labor hervorgerufen.

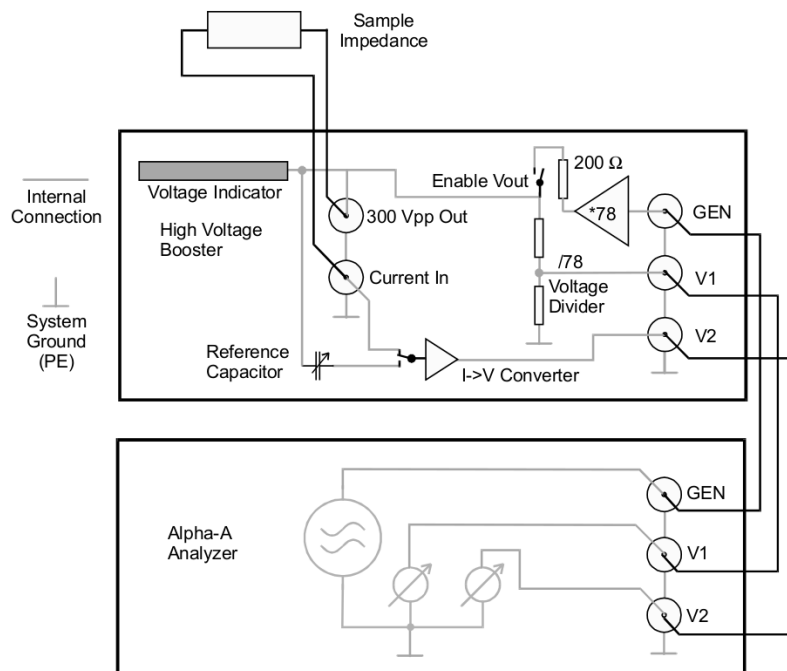


Abbildung 5.9.: Schematische Darstellung der elektrischen Verschaltung des Impedanzspektrometers

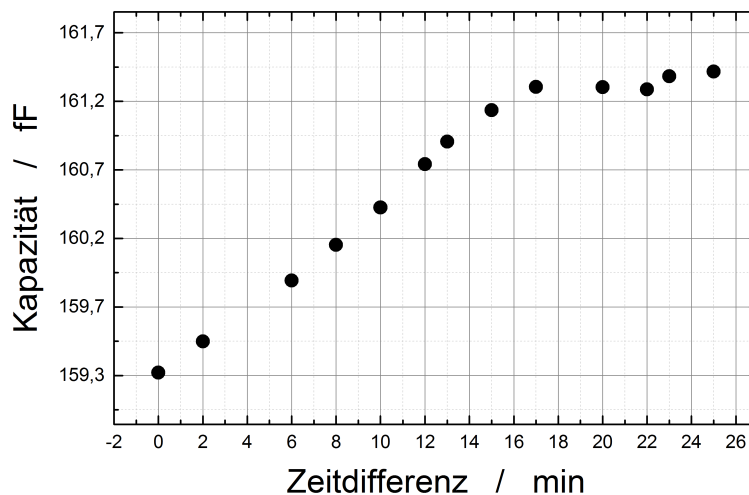


Abbildung 5.10.: Temperaturverhalten des Impedanzspektrometers. Das Gerät benötigt eine viertel Stunde bis eine konstante Kapazität mit Schwankung unter $\pm 0.25 \text{ fF}$ gemessen werden kann.

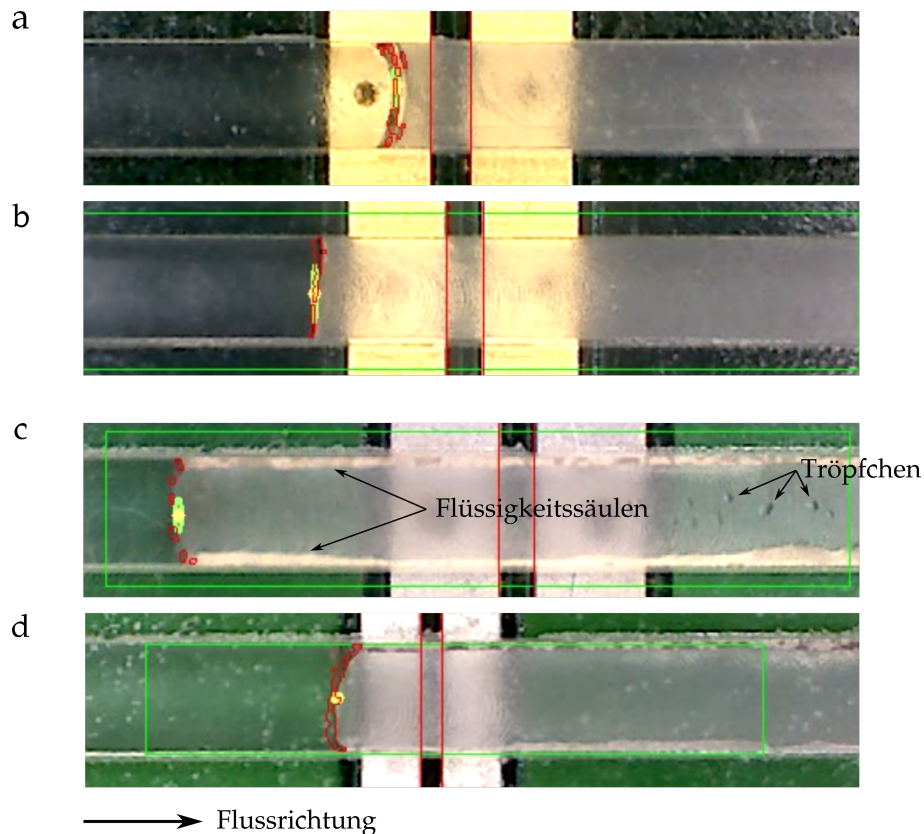


Abbildung 5.11.: Momentaufnahme der Form der Phasengrenze im Mikrokanal. Aufnahmen a) und b) zeigen die Phasengrenze in einem polierten und trockenen Kanal; die Phasengrenze hat konvexe Form, wobei sich der Krümmungsradius während des Flusses verändert, sodass die Phasengrenze zeitweise gerade Form annimmt. Aufnahmen c) und d) zeigen einen nicht polierten Kanal; erkennbar sind Benetzungsrückstände an der Kanalwand und den Kanalecken in Form von Tröpfchen und dünnen Flüssigkeitssäulen. Die Form der Phasengrenze ist konkav und zeitweise schräg im Kanal, durch das Aufsammeln der Benetzungsrückstände.

5.2.4 Die optische Messung der Phasengrenze

Um dem Messsignal des MPS eine Position der Phasengrenze zuordnen zu können, ist eine Referenzmessung notwendig. Als Referenz wird eine optische Messung verwendet. Dazu wird die Bewegung der Phasengrenze im mikrofluidischen Kanal durch eine USB-Mikroskopkamera beobachtet. Die Kamera ist durch eine an der Messzelle befestigte Halterung über dem Sensorkopf positioniert (Abb. 5.7). Der eingebaute Ring aus LEDs in der Kamera sorgt für eine gleichmäßige Beleuchtung und minimiert Schattenbildungen um die Flüssigkeitsfront. Die eigens entwickelte Steuersoftware des Impedanzspektrometers steuert auch die Kamera.

Optische Aufnahmen während der Messungen zeigen die zeitliche Veränderung der Form der Phasengrenze während des Transports durch den Mikrokanal. In Abbildung 5.11 sind die am häufigsten beobachteten Formen der Phasengrenze zu sehen. In trockenen und polierten Kanälen nimmt die Phasengrenze meist eine konvex gekrümmte

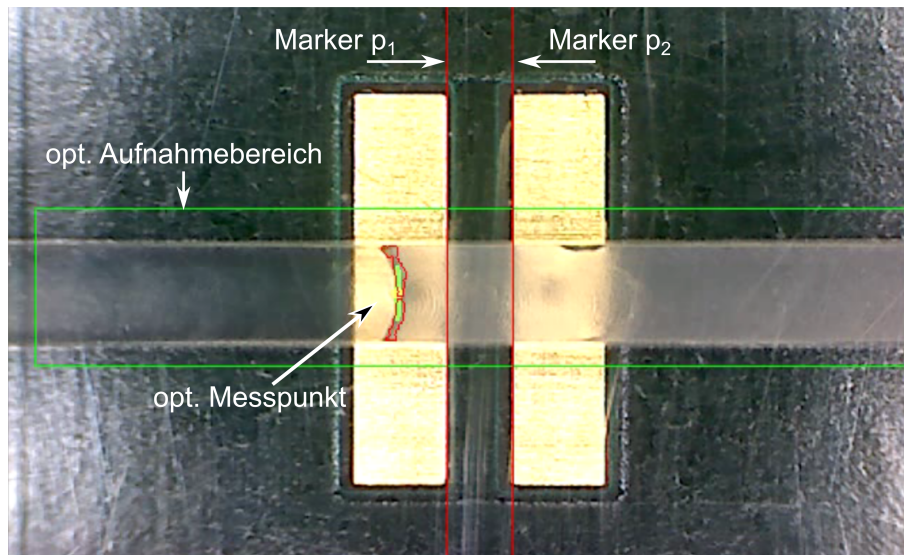


Abbildung 5.12.: Momentaufnahme der Kamera mit den gesetzten Markierungen für den optischen Aufnahmebereich und die Referenzmarker p_1 , p_2 . Der optische Messpunkt auf der Fluidfront ist durch einen (gelben) Punkt markiert, der (rot) markierte Bereich um den Punkt sind die als bewegt erkannten Pixel.

Form an (Abb. 5.11 a). Die Stärke der Krümmung schwankt dabei während des Transports durch den Kanal. So kann die Phasengrenze zeitweise auch in nahezu gerader Form vorliegen (Abb. 5.11 b). In den Abbildungen 5.11 c und d fließt die Flüssigkeit durch einen bereits benetzten Kanal. Der Kanal wurde vor den Messungen nicht mit Filz poliert. Deutlich zu sehen sind die dünnen Flüssigkeitssäulen in den Ecken des Kanals und die Flüssigkeitströpfchen an den Kanalwänden. Die Form der Phasengrenze ist in diesem Fall konkav gekrümmt. Durch das Aufsammeln der Flüssigkeitströpfchen nimmt die Phasengrenze zeitweise eine schief im Kanal liegende Form an.

Gegenüber einer geraden Front besitzt die Phasengrenze in den Experimenten eine endliche Ausdehnung entlang der Flussrichtung. Die daraus resultierende Breite der Phasengrenze ist jedoch durchweg deutlich kleiner als die Kanaldimensionen und die Sensorgeometrie. Im Mittel besitzt die Phasengrenze eine Breite von $82\,\mu\text{m} \pm 10\,\mu\text{m}$. Größere Breiten treten bei Schräglage der Phasengrenze auf. Hier fließt die Phasengrenze mit kleinen Tröpfchen an der Kanalwand zusammen. Dadurch kann die Phasengrenze kurzzeitig eine Breite von bis zu $200\,\mu\text{m}$ einnehmen, wenn die Phasengrenze mit einem besonders großen Tröpfchen zusammenfließt. Diese Form kommt jedoch im Vergleich zu den anderen in Abbildung 5.11 gezeigten Formen selten vor, da der Kanal in den Experimenten eine schwache Benetzung mit sehr kleinen Tröpfchen an den Kanalwänden zeigt.

In Abbildung 5.12 ist eine Momentaufnahme der Kamera dargestellt, inklusive für die Verfolgung der Phasengrenze relevanter Markierungen. Man sieht als goldene Flächen die Messelektroden. Darüber verläuft senkrecht der Mikrokanal. Über dem Kanal befindet sich ein grüner Rahmen, der vor Beginn der Messung frei im Bild gesetzt wurde. Er grenzt den optischen Aufnahmebereich ein und definiert die Bildpixel, die zur optischen Auswertung benutzt werden. Zum einen dient dies einer Reduktion des Rechenaufwands, da nicht das ganze Bild in die Berechnung einbezogen wird. Zum an-

deren können so auch Fehldetektionen außerhalb des Kanals, durch Reflexionen der Beleuchtung an der sich bewegenden Flüssigkeitssäule minimiert werden.

Die optische Messung beginnt, sobald sich die Flüssigkeitsfront in den optischen Aufnahmebereich bewegt. Die Messsoftware ist so aufgebaut, dass direkt nach jeder Impedanzmessung eine Referenzaufnahme mit der Kamera erfolgt. Die zeitliche Differenz zwischen Impedanzmessung und Aufnahme liegt bei $2\text{ ms} \pm 1\text{ ms}$. Auf die daraus resultierenden Messunsicherheit wird ausführlich in Kapitel A.2 eingegangen.

Das aktuelle Bild wird direkt über die *BackgroundSubtractorMOG2* Klasse der C++ Bibliothek *OpenCV* ausgewertet. Die Klasse nutzt einen Segmentierungsalgorithmus auf Basis des Gaußschen Mischverteilungsmodells⁷³. Es wird aus den letzten Bildern eine Historie gebildet, die einen unbewegten Hintergrund und einen bewegten Vordergrund in der aktuellen Aufnahme definiert. Das Verfahren modelliert die Hintergrundpixel aus einer Mischung von k Gauß-Verteilungen ($k=3$ bis 5). Die Gewichtung der Mischung erfolgt über die Zeitverhältnisse der gleichfarbigen Pixel zwischen den letzten Bildern. Dabei sind die wahrscheinlichen Hintergrundpixel diejenigen, die längere Zeit unverändert bleiben. Damit wird ein statischer Hintergrund und ein bewegter Vordergrund aus den Bildern extrahiert. Der bewegte Vordergrund ist in diesem Fall die Flüssigkeitsfront.

In der Abbildung 5.12 ist der als bewegt wahrgenommene Bereich der Flüssigkeitsfront grün markiert. Aus diesen Pixeln wird der Mittelpunkt berechnet und zusammen mit dem Messzeitpunkt gespeichert. Genauso wird der Impedanzmesswert gegen die Zeit gespeichert. Um die Zeitpunkte der Messung in Ortskoordinaten umzurechnen, werden aus dem optischen Aufnahmebereich zwei Punkte mit bekanntem räumlichen Abstand ausgewählt. In Abbildung 5.12 sind diese Referenzmarkierungen, p_1 und p_2 , als rote Linien an den Innenseiten der Messelektroden zu sehen. Vor Beginn der Messung können die beiden Markierungslinien beliebig im Bild gesetzt werden. Die Pixelwerte dieser Linien werden im Kommentarbereich der Messdatei gespeichert (Abb. 5.13). Der räumliche Abstand G der Referenzmarkierungen wird ebenfalls gespeichert.

In Abbildung 5.14 ist der Zusammenhang zwischen dem gemessenen Pixel-Zeit-Verlauf und der daraus extrahierten Weg-Zeit-Funktion dargestellt. Auf der linken Y-Achse sind die Pixel dargestellt, die rechte Achse gehört zu der Weg-Zeit-Funktion. Die momentanen Bildpixel $p(t)$ der Phasengrenze stehen in einem linearen Zusammenhang mit dem bis dahin zurückgelegten Weg $s(t)$ der Phasengrenze

$$s(t) = m_p \cdot p(t) + b_p . \quad (5.1)$$

Dabei beschreibt die additive Konstante b_p die Verschiebung des Nullpunktes der Pixel-Achse gegenüber der Weg-Achse. Der Nullpunkt ist frei wählbar und fällt für $b_p = 0$ mit dem Ursprung der Pixel-Achse zusammen. Die Steigung m_p entspricht dem Skalierungsfaktor von Pixel zu Wegstrecke. Sie beschreibt wie viele Wegeinheiten einem Pixel entsprechen, also die räumliche Größe eines Pixels. Berechnet wird die Steigung aus den Referenzmarkierungen p_i und dem räumlichen Abstand g der Referenzmarkierungen zu

$$m_p = \frac{g}{p_2 - p_1} . \quad (5.2)$$

Dazu werden im Bild zwei Punkte mit bekanntem realen Abstand markiert. Die entsprechenden Pixelwerte werden im Header der Messdatei gespeichert (Abb. 5.13). Zusätzlich wird auch der reale Abstand g der Referenzmarker gespeichert. Der Offset b_p kann

```

1 # Files connected:
2 #   151102_AJ05_DI_600er_FR_0.01_Camera_video.avi,
3 #   151102_AJ05_DI_600er_FR_0.01_messung_data.txt
4 #
5 # electrode ID = d21
6 # gap = 600
7 # Marker = 309 355
8 # fluids = DI Wasser
9 #
10 # Parameters set to:
11 (-) voltage :ACV=30.000
12 (-) dc bias voltage :DCV=0.0000
13 (-) frequency :GFR=4.000000e+05
14 (-) integrationtime :MTM=5.000000e-02
15 (-) mode :MODE=IMP_HV150
16 (-) reference measurement :ZREFMODE=0
17 (-) lowloss correction :ZLLCOR=1
18 (-) lowimpedance calibration :ZSLCAL=1
19 #
20 # Starting measurement over 60 sec.
21 # Starttime: 11:44:45:617
--

```

Abbildung 5.13.: Header der Messdatei mit Information über Elektrodenabstand und Pixelposition der Marker. Es werden zudem der Name der Videodatei und die Einstellungen des Impedanzspektrometers, sowie Messdauer und Startzeit gespeichert.

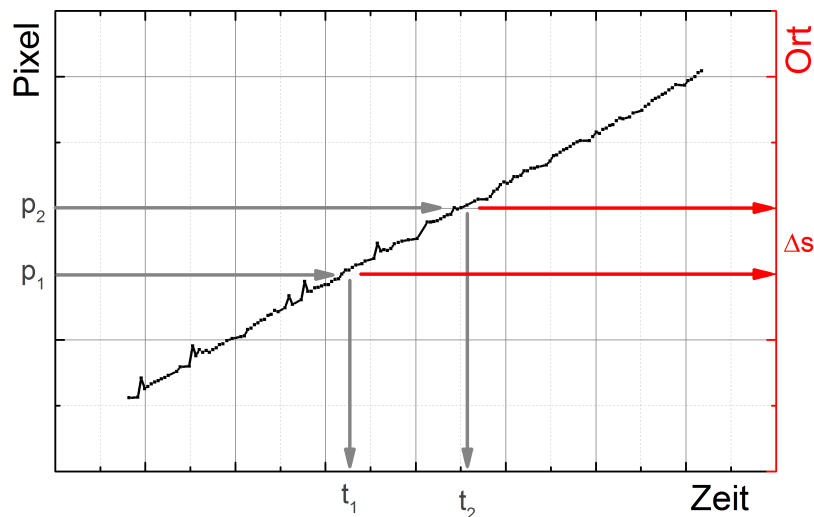


Abbildung 5.14.: Dargestellt ist exemplarisch der Zusammenhang zwischen dem von der Kamera aufgezeichneten Pixel-Zeit-Verlauf und der mithilfe der Referenzmarker p_1 , p_2 daraus berechneten Weg-Zeit-Funktion.

beliebig gewählt werden. Eine sinnvolle Wahl, um die spätere Ortsanalyse zu vereinfachen, stellt der Mittelpunkt zwischen den Sensorelektroden p_m dar. Dieser lässt sich aus den Referenzmarkierungen berechnen

$$p_m = p_1 + \frac{p_2 - p_1}{2} . \quad (5.3)$$

Setzt man dies in die Transformationsvorschrift ein und setzt die Gleichung Null, ergibt sich b_p zu

$$b_p = -m_p \cdot p_m . \quad (5.4)$$

Die Funktion $p(t)$ stellt die Messkurve der von der Optik aufgenommenen Daten dar. Wie Abbildung 5.14 zeigt, wird $p(t)$ ebenfalls von einer Geradengleichung beschrieben

$$p(t) = m_t \cdot t + b_t . \quad (5.5)$$

Die Koeffizienten m_t und b_t werden durch eine lineare Regression aus den Messdaten bestimmt, da die ermittelten Pixelpositionen einer Streuung unterliegt. Die Ursache der Streuung liegt in der Art der Verarbeitung der Information aus der Bewegungserkennung der optischen Messung. Aus allen als bewegt erkannten Pixeln pro Aufnahme wird der Mittelwert gebildet und gespeichert. Als bewegt wahrgenommen werden Teile der Pixel entlang der Phasengrenze. Diese ändert ihre Form während der Bewegung durch den Kanal aufgrund von Eigenschaften der Kanalwand, wie Rauigkeit oder Vorbenetzung. Durch unterschiedliche Licht-Schatten Reflexe wird auch nicht immer die komplette Phasengrenze als bewegt erkannt. Daher streut die Position des optische Messpunkt entlang der Phasengrenze. Eine genaue Betrachtung der daraus resultierenden Ungenauigkeit in der Ortsbestimmung erfolgt in Kapitel A.2.

Die Umrechnung erfolgt durch

$$s(t) = \frac{G}{p_2 - p_1} \left((g_t \cdot t + b_t) - \frac{p_1 + p_2}{2} \right) . \quad (5.6)$$

Die Umrechnung wird nicht von der Steuersoftware durchgeführt. Die zusätzlichen Rechenschritte würden die Aufnahmerate senken. Zur Auswertung wird ein zweites in Python geschriebenes Programm benutzt (Anhang B.2). Dieses kann mehrere Messungen einlesen und bearbeiten. Das Programm führt auch die Fehlerrechnung aus.

5.3 Der Arbeitspunkt des Moving Plug Sensors

Um ein optimales Signal zu erhalten, wird zunächst der Arbeitspunkt des Sensors ermittelt. Bei der kontaktfreien Messung spielt die Frequenz des Anregungssignals eine große Rolle. Sie gewährleistet eine gute Einkopplung des Signals von der Sender- zur Messelektrode. Auch die Amplitude des Anregungssignals trägt zur optimalen Einkopplung bei. Für beide Größen sind natürlich auch Grenzen gesetzt. Besonders bei der Spannung möchte man nicht im biologischen Hochspannungsbereich (Berührungsspannung) arbeiten, da dort teure Sicherheitsvorkehrungen notwendig sind. Für die Untersuchung

einer geeigneten Spannung wurden Messungen mit unterschiedlichen Spannungsamplituden durchgeführt. In Abbildung 5.15 ist der Verlauf dargestellt. Das Messsignal verläuft zunächst linear steigend mit zunehmender Messspannung. Für kleine Spannungen unter 10 V liegt die Kapazität unter 100 fF . Ab 25 V nimmt die Kapazität einen konstanten Wert an. Hier greift die Spannungsbegrenzung des Impedanzspektrometers. Für Frequenzen um 400 kHz kann nicht mehr der volle Spannungsbereich des Impedanzspektrometers erreicht werden.

Aufgrund des Verhaltens des Messsignals und der Spannungsbegrenzung des Impedanzspektrometers bei der gewählten Frequenz von 400 kHz wird die Messspannung auf 32 V(rms) festgesetzt. Dadurch liegt die Spannung noch unterhalb der Grenzspannung von 38 V(rms) des biologischen Hochspannungsbereich. Das Messsignal zeigt hier eine Kapazität im Bereich um 135 fF .

In Abbildung 5.16 sind der aus dem Ersatzschaltbild (Abb. 4.5) berechnete Verlustfaktor und der für den MPS resultierende Gesamtverlustwinkel gegen die Messfrequenz aufgetragen⁷⁰. Die für die Berechnung verwendeten Werte sind $R_s = 0,18\Omega$, $R_p = 10^{14}\Omega$, $C = 140\text{ fF}$ und $L = 10^{-7}\text{ H}$ und spiegeln die Eigenschaften des MPS wieder.

Der Einfluss des Verlustfaktors $\tan(\delta)_p$ des parallelen Widerstands nimmt mit steigender Frequenz ab. Dem gegenüber nimmt der Verlustfaktor $\tan(\delta)_s$ des seriellen Widerstandes mit der Frequenz zu. Der aus diesen beiden Verläufen resultierende Verlustfaktor zeigt für eine bestimmte Frequenz ein Minimum. Der minimale Verlustfaktor wird bei Frequenzen um 300 kHz erreicht. Bei einer Frequenz um 5 MHz zeigt sich eine Resonanzstelle für eine Induktivität der Zuleitung von 10^{-3} H . Die Induktivität ist wesentlich größer, als die, die für die Messung verwendeten Kabel anzunehmen ist. Zudem liegt die Frequenz weit über der Frequenz des minimalen Verlustfaktor. Für die Messungen wurde die Messfrequenz bei 400 kHz festgesetzt. Dadurch ist der Verlustfaktor nahe des Minimums und es wird eine gute Signalstärke erhalten.

Für die Auswertung des Signals spielen auch die Art der Einflüsse des gesamten Messsystems eine Rolle. Der MPS liefert sowohl kapazitive, als auch resistive Anteile. Auch die Zuleitungen beeinflussen das Signal, sodass primär auch induktive Anteile nicht ausgeschlossen werden können. Um aus dem Signal des Sensors auf die Kapazität zurückrechnen zu können, ist es notwendig alle relevanten Beiträge zum Signal zu kennen. Schaltkreise lassen sich am einfachsten mit einem Impedanzspektrometer analysieren. Bei fester Spannung wird bei verschiedenen Frequenzen gemessen. Es wurden das volle Spektrum des *NovoControl* Spektrometers von $0,01\text{ Hz}$ bis 1 MHz ausgenutzt.

In Abbildung 5.17 ist die gemessene Ortskurve des MPS dargestellt. Der Imaginärteil der Impedanz ist gegen den Realteil aufgetragen. Die Frequenz der Messpunkte verläuft entgegengesetzt zum Verlaufes des Halbkreises. Zu hohen Frequenzen sinkt der Realteil der Impedanz. Die Ortskurve für den MPS zeigt einen annähernd halbkreisförmigen Verlauf mit negativem Imaginärteil der Impedanz. Der Imaginärteil erreicht im Verlauf einen maximalen Wert von $400\text{ G}\Omega$. Auf der reellen Achse endet der Halbkreis bei $900\text{ G}\Omega$.

Der Verlauf lässt auf eine Parallelschaltung aus Widerstand und Kapazität schließen. Den Wert des Widerstandes kann man am zweiten Schnittpunkt des Halbkreises mit der Abszisse ablesen. Der Widerstand des MPS zusammen mit dem Messsystem beträgt $900\text{ G}\Omega$. Der leicht abgeflachte Verlauf der Ortskurve kann durch ein *Constante-Phase*

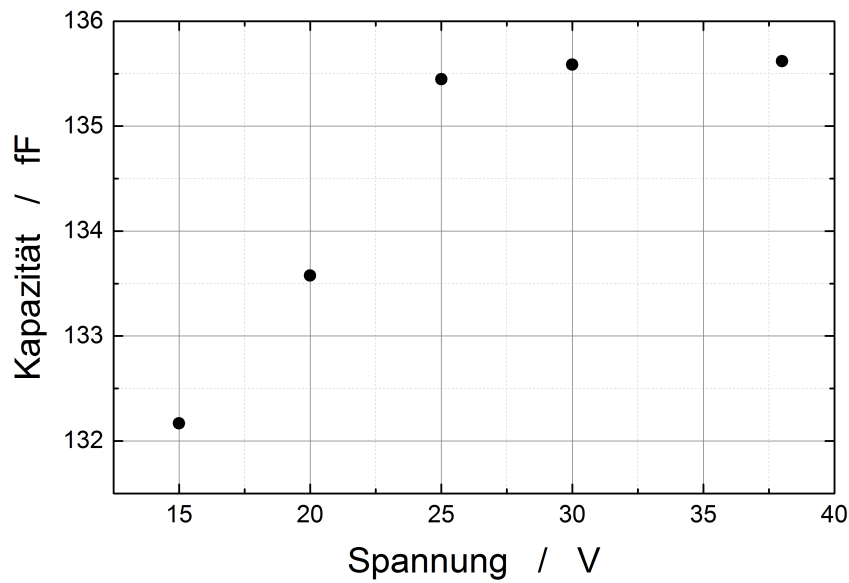


Abbildung 5.15.: Abhängigkeit der Signalstärke von der Anregungsspannung bei 400 kHz . Ab einer Spannung von 25 V geht das Impedanzspektrometer in eine Spannungsbegrenzung.

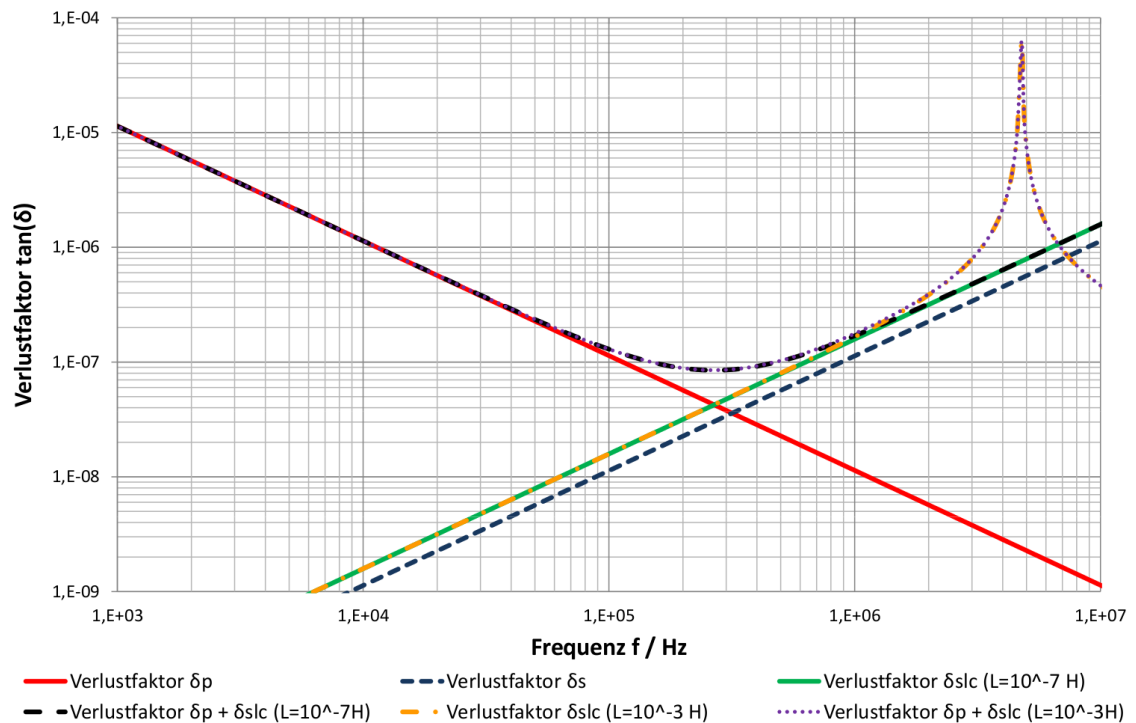


Abbildung 5.16.: Berechnung der Verlustwinkel für den MPS⁷⁰. Für die Berechnung wurden folgende Werte verwendet: $R_s = 0,18 \Omega$, $R_p = 10^{14} \Omega$, $C = 140 \text{ fF}$ und $L = 10^{-7} \text{ H}$

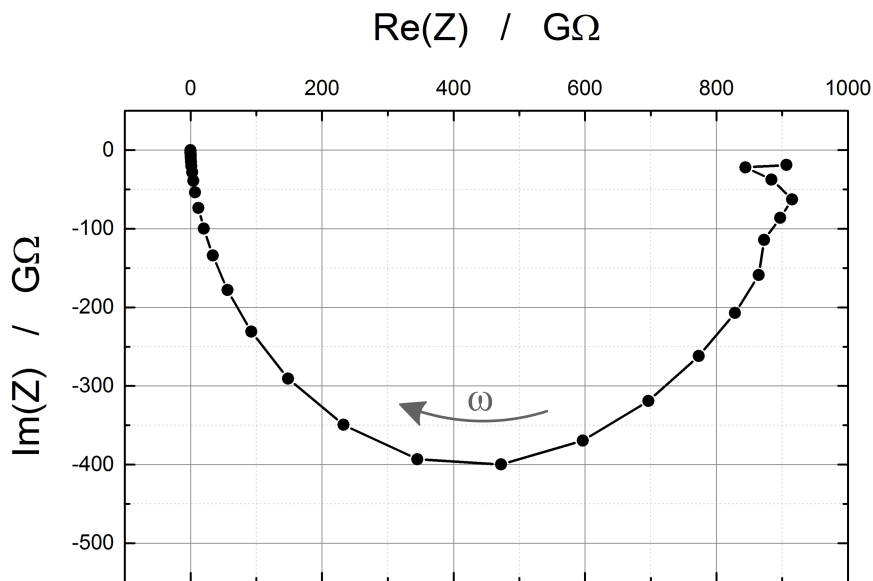


Abbildung 5.17.: Ortskurve der gemessenen Impedanz für den MPS im Messaufbau. Der Verlauf des Imaginärteils gegen den Realteil der Impedanz beschreibt einen leicht abgeflachten Halbkreis im vierten Quadranten.

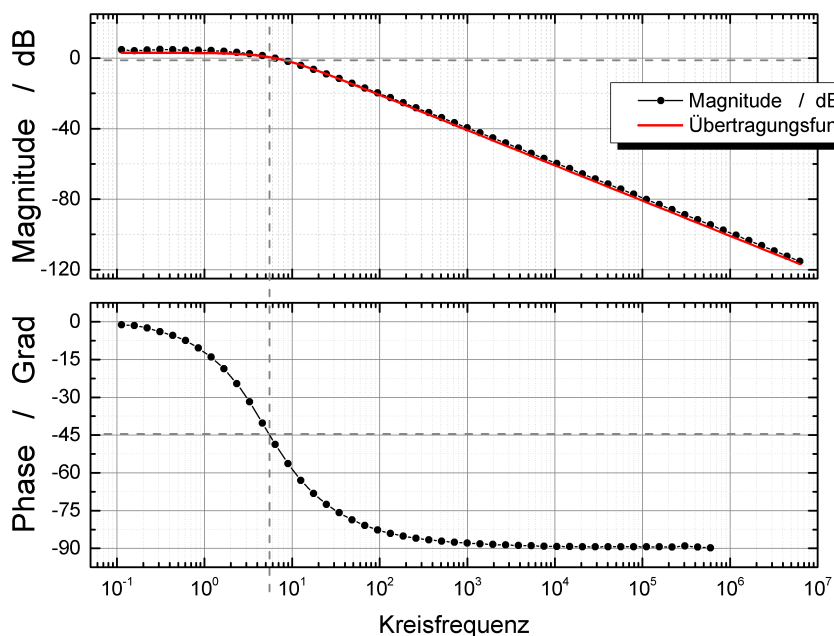


Abbildung 5.18.: Darstellung der Magnitude (oben) und Phase (unten) gegen die Kreisfrequenz. Durch gestrichelte Linien sind die Verhalten bei der Grenzfrequenz markiert. Im Magnitudengang ist auch der theoretische Verlauf, die Übertragungsfunktion, als durchgezogene Linie eingezeichnet.

Element, kurz CPE, beschrieben werden⁷⁴. Es berücksichtigt die realen Materialeigenschaften im Ersatzschaltkreis. Die Materialien des MPS sind keine ideal homogenen Stoffe, genauso wie die Oberfläche der Elektroden Rauigkeiten aufweist. Dadurch treten lokal verschiedene Werte für R und C auf. Die Parallelschaltung eines CPE mit einem Widerstand bezeichnet man als RQ-Element. Die Übertragungsfunktion hat folgende Form

$$Z_{CPE} = \frac{R}{1 + (i\omega RQ)^n} . \quad (5.7)$$

Der Wert der Kapazität wird durch den abstrakten Faktor Q ersetzt, n beschreibt den Grad der Abflachung. Für $n = 1$ erhält man die Übertragungsfunktion des RC-Parallelelements und für $n \neq 1$ flacht der Halbkreis ab. Im Verlauf des Amplitudengangs gibt n die Steigung an. Für den MPS berechnet sich die Steigung mithilfe einer linearen Regression zu 1,98. Da der Unterschied der Achsen der Ortskurve im Verhältnis der Impedanzwerte sehr klein ist, fällt der Faktor n kaum ins Gewicht und der MPS kann in guter Näherung als paralleles RC-Glied betrachtet werden.

Im Bode-Plot 5.18 ist der Verlauf der Magnitude (Abb. 5.18, oben) und Phase (Abb. 5.18, unten) gegen die Frequenz aufgetragen. Die Frequenzachse wird logarithmisch dargestellt. Die Magnitude verläuft bei kleinen Frequenzen zunächst horizontal mit einem Wert um 3 dB. Nach einem Knick verläuft die Kurve monoton fallend. Der Knick befindet sich bei einer Kreisfrequenz um 5,5 Hz. Der Knick wird im Graphen durch zwei sich kreuzende gestrichelte Linien auf die X- und Y-Achse projiziert. Im Graphen ist ebenfalls der theoretisch berechnete Verlauf der Magnitude, die Übertragungsfunktion $H(s)$, als durchgehende Linie (rot) aufgetragen. Sein Verlauf deckt sich nahezu ideal mit dem gemessenen Verlauf.

Aus dem Frequenzspektrum des MPS geht hervor, dass der Sensor als Parallelkreis aus Kapazität C_p und Widerstand R_p dargestellt werden kann. Es folgt mit Gl. 4.15

$$Y^* = \frac{1}{Z^*} = \frac{1}{R_p} - \frac{1}{iX_C} . \quad (5.8)$$

Aus dem Realteil kann der Widerstand der Parallelschaltung bestimmt werden

$$R_p = \frac{1}{Y'} . \quad (5.9)$$

Die Kapazität lässt sich über den Imaginärteil berechnen

$$C_p = \frac{Y''}{\omega} . \quad (5.10)$$

5.4 Modellierung und Simulation

Die Modellierung und Simulation wissenschaftlicher Fragestellungen ist ein immer wichtiger werdendes Werkzeug in Forschung und Entwicklung. Sie hilft Fragen zu beantworten, die durch Experimente am Objekt nicht ausreichend oder nur unter sehr großem Aufwand beantwortet werden können. Simulationen helfen auch, reale Systeme zu optimieren. Parameter können über große Bereiche variiert werden um ihren Einfluss auf das System zu testen. Das Modell ist ein vereinfachter Repräsentant eines Originalsystems; dabei ist es unerheblich, ob ein bestehendes oder geplantes System abgebildet wird. Die Simulation umfasst, gegenüber dem reinen Modell, die Dynamik des Systems. Für die Simulation des MPS wird hier die Software *Comsol Multiphysics* eingesetzt. Die mathematische Beschreibung beruht auf dem *Electric Current* Modul.

Das *Electric Current* Modul berechnet das elektrische Potential über die Kontinuitätsgleichung.

$$\frac{\delta \rho}{\delta t} + \nabla \cdot j = 0 \quad (5.11)$$

Dabei werden in der zeitabhängigen Betrachtung sowohl Leitungsströme, wie auch Verschiebestrome berücksichtigt.

$$\vec{J} = \sigma \vec{E} + \vec{J}_e \quad (5.12)$$

Aus der zeitharmonische Kontinuitätsgleichung und dem Gaußschen Gesetz in Materie folgt

$$-\nabla \cdot ((\sigma + j\omega\epsilon_0) \nabla V - (\vec{J}_e + j\omega\vec{P})) = Q_j \quad (5.13)$$

Für die Betrachtung des MPS wurden zwei Modelle erstellt. Sie unterscheiden sich im Grad der Abstraktion. Für die allgemeine Betrachtung des Feldausbreitung wird ein stark vereinfachtes Modell verwendet. Um die Abhängigkeit der Extrema im Signal von der momentanen Position der Flüssigkeit untersuchen zu können ist ein zweites, genaueres Modell nötig. Gemeinsam ist beiden Modellierung der Flüssigkeit. Die Phasengrenze wird als gerade Fläche angenommen. Jeweils auf einer der Messelektroden wird die Anregungsspannung von 38 V und 400 kHz definiert. Die zweite Messelektrode und die Schirmung werden als Erdung festgelegt. Die Verteilung des elektrischen Felds im Raum zwischen den Messelektroden kann direkt aus der Lösung der Simulation berechnet werden. Über die induzierte Ladungsdichte auf der Empfängerelektrode kann die Kapazität berechnet werden.

Das einfache Modell

Es ist nicht für alle Betrachtungen notwendig ein vollständig realitätsgetreues Modell des MPS zu nutzen. Für dieses Fälle wird ein vereinfachtes Modell verwendet. Es werden nur die für das Signal wichtigsten Teile des Sensors realitätsgetreu abgebildet.

Die Oberseite hat direkten Einfluss auf die Signaldynamik. Daher bildet das Modell die Strukturierung der Elektrodenflächen der Oberseite realitätsnah ab. Als Vorlage der

Tabelle 5.4.: Eigenschaften der im vereinfachten Modell abgebildeten Stoffe

Stoff	Permittivität	Leitfähigkeit S/m
Wasser	78	0,7
Luft	1	$1 * 10^{-9}$

Kupferfläche dienen die Maße aus Kapitel 5.1.2. Die rückseitige Schirmfläche des Sensors wird als durchgehende Fläche modelliert. Die rückseitigen Anschlüsse liefern keinen Beitrag zur Änderung der Kapazität und können im Modell vernachlässigt werden. Für die Dicken der modellierten Elektroden werden die Angaben aus Tabelle 5.1b verwendet. Um die Simulation weiter zu vereinfachen und zu beschleunigen, werden nur die Materialeigenschaften von Luft und Wasser berücksichtigt, da sie sich dynamisch im Messbereich des Sensors verändern. Die Materialien des Sensors selber werden nicht simuliert, da sie gegenüber Wasser einen geringeren Einfluss auf die Feldbrechung haben. In Tabelle 5.4 sind die verwendeten Materialparameter aufgeführt. Die für dieses Modell getroffenen Vereinfachungen haben daher Auswirkungen auf die Quantität, also die Höhe der simulierten Kapazitätswerte. Die qualitative Aussagekraft des simulierten Kapazitätsverlaufs wird nicht vermindert.

Comsol Multiphysics berechnet die Feldverteilung innerhalb eines abgeschlossenen Volumens. Das Modell des Sensors wird daher von einer kugelförmigen Lufthülle mit Radius 8 cm umgeben. Bei der FE-Methode beeinflusst der Rand des Simulationsgebiets das Ergebnis. Der Radius wurde daher durch Simulationen bestimmt, deren Ergebnisse in Kapitel A.3.2 vorgestellt werden. Durch die Feinheit der im Modell abgebildeten Strukturen definiert sich die Feinheit des Gitters.

Das erweiterte Modell

Für genaue Betrachtungen der Zusammenhänge zwischen dem Signal und der Position der Flüssigkeit ist ein vollständigeres Modell notwendig. Hier spielen auch die Stoffeigenschaften der Kartusche und des Sensors eine Rolle.

Die Geometrie des Sensors basiert auch hier auf den in Kapitel 5.1.1 vorgestellten Daten. Die Elektroden auf der Ober und Unterseite des Sensors haben unterschiedlichen Einfluss auf das Messsignal. Dadurch ergeben sich andere Anforderungen an die Toleranzen bei der realitätsgetreuen Nachbildung im Modell. Die rückseitige Schirmfläche wird als durchgehende Fläche modelliert, die Anschlüsse liefern keinen Beitrag zur Kapazitätsänderung, wenn eine Flüssigkeit am Messbereich vorbeifließt. Hingegen hat die Oberseite direkten Einfluss auf das Signalverhalten. Das Modell bildet die Strukturierung dieser Elektrodenflächen realitätsnah ab. Als Vorlage für die Abmessungen der Elektroden dienen die Angaben aus Kapitel 5.1.1. Für die Dicken der modellierten Elektroden werden wieder die Werte aus Tabelle 5.1b verwendet. Die Werte der elektrischen Materialeigenschaften sind in Tabelle 5.5 aufgelistet.

Tabelle 5.5.: Eigenschaften der im erweiterten Modell abgebildeten Stoffe

Stoff	Permittivität	Leitfähigkeit S/m
FR4	3,8	$2 * 10^{-9}$
PMMA	2,8	$1 * 10^{-14}$
Deckelfolie	2,8	$1 * 10^{-14}$
Wasser	78	0,7
Luft	1	$1 * 10^{-9}$

Für das erweiterte Modell wurde ebenfalls eine kugelförmige Umgebung mit Radius 8 cm gewählt. Das Gebiet innerhalb dieser Kugel wird durch ein feineres Gitter vernetzt, als es bei dem vereinfachten Modell nötig ist.



6 Charakterisierung des Kapazitätsverlaufs des Moving Plug Sensors

Das Funktionsprinzip kapazitiver Sensoren beruht auf der Veränderung der Kapazität eines Kondensators oder Kondensatorsystems durch äußere Einflüsse. Ein kapazitiver Sensor besteht meist aus Sensorelektroden und Schirmflächen. Letztere schirmen störende elektrische Einflüsse von den Messelektroden ab. Eine solche elektromagnetische Verträglichkeit (EMV) ist bei kapazitiven Sensoren von großer Wichtigkeit. Störende Einflüsse können durch äußere Felder hervorgerufen werden, die von anderen elektrischen Geräten stammen.

Besonders für die Anwendung des **Moving Plug Sensor (MPS)** in den am Fraunhofer ICT-IMM entwickelten mikrofluidischen Analysegeräten ist eine EMV unabdingbar. Die mikrofluidische Kartusche befindet sich im Analysegerät in der Nähe einer Vielzahl elektrisch gesteuerter Module. Dazu zählen in direkter Nähe z.B. Servomotoren für Ventile oder Pumpen. Durch eine geeignete Abschirmung der Messelektroden wird erreicht, dass der Sensor die Flüssigkeitsfront zuverlässig detektieren kann.

Der MPS besitzt zwei Schirmflächen, eine auf der Oberseite und eine auf der Unterseite. In Abbildung 6.1 ist der Aufbau von Elektroden und Schirmung noch einmal schematisch dargestellt. Nur die Schirmfläche (blau) auf der Oberseite beeinflusst den Verlauf des Messsignals. Sie liegt in der gleichen Ebene wie die Messelektroden (grün) und umgibt diese wie ein Rahmen.

Der MPS wird außerhalb der mikrofluidischen Kartusche angebracht, sodass die Elektroden senkrecht zu dem Kanal ausgerichtet sind. Es erfolgt eine kontinuierliche Anregung mit einer sinusförmigen Spannung. Bewegt sich eine Flüssigkeitsfront (Phasengrenze Flüssigkeit/Luft) über den Sensor, wird eine Veränderung in der Kapazität gemessen. Durch die Form der Schirmung zeigt sich beim MPS ein spezifischer Kapazitätsverlauf während sich die Front über die Elektroden bewegt. Diese Elektrodengeometrie hat besonders im mikrofluidischen Bereich großes Anwendungspotential.

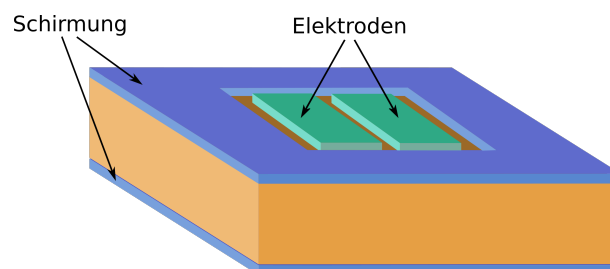


Abbildung 6.1.: Aufbau des MPS mit den zwei Messelektroden in der Mitte, umgeben von einer koplanaren Schirmfläche auf der Vorder- und Rückseite

Mit einem einzigen Sensor kann sowohl eine sehr genaue Positionsbestimmung durchgeführt werden, als auch die momentanen Fließgeschwindigkeit berechnet und das Flüssigkeitsvolumen daraus abgeschätzt werden. Eine Erweiterung auf mehr als zwei Elektroden lässt zudem eine Orientierungsbestimmung zu.

Dieses Kapitel gliedert sich in zwei Teile:

- Im erste Abschnitt wird das kapazitive Verhalten des MPS anhand von Messungen gezeigt. Der Kapazitätsverlauf wird durch ein Modell zur Feldbrechung an der bewegten Phasengrenze erklärt. Anschließend wird auf den Zusammenhang zwischen Position der Phasengrenze und charakteristischer Signalmerkmale eingegangen.
- Im zweiten Abschnitt wird der gemessene Signalverlauf mit Simulationen verglichen. Es wird ausgeführt, dass vor allem die Lage des MPS zum Kanal und der Abstand zu Abweichungen zwischen Simulation und gemessenem Kapazitätsverlauf führen.

6.1 Kapazitätsverlauf des Moving Plug Sensors

6.1.1 Das Signal

Die Signalform wird exemplarisch an einem MPS der ersten Generation mit einem Elektrodenabstand von $644\,\mu\text{m}$ betrachtet. Der Sensor ist unter der mikrofluidischen Kartusche positioniert, die Kamera sitzt über der Kartusche. Die Flüssigkeit wird mit einer Flussrate von $0,01\,\frac{\text{ml}}{\text{s}}$ durch einen quadratischen Kanal von $1\,\text{mm}^2$ Querschnitt gepumpt. Als Flüssigkeit wird entionisiertes Wasser verwendet. Verglichen mit Luft besitzt Wasser eine sehr hohe Permittivität ($\epsilon_r = 78$). Der hohe Kontrast zwischen der Permittivität von Wasser und der Kartusche erzeugt eine große Signaländerung mit einem guten Signal-Rauschverhältnis.

Die Anregungsspannung des MPS beträgt $32\,\text{V}(\text{rms})$ bei einer Frequenz von $400\,\text{kHz}$. Die Abtastrate des Antwortsignals an der Empfängerelektrode beträgt $5\,\text{Hz}$. Mittels Gleichung 5.10 wird aus der gemessenen Impedanz die Kapazität berechnet.

In Abbildung 6.2 a) ist exemplarisch ein gemessener Verlauf der Kapazität gegen die Zeit aufgetragen. Die im Folgenden vorgestellten Kapazitätswerte wurden durch Mittelwertbildung aus insgesamt sieben unabhängigen Messungen mit vergleichbaren Experimentierbedingungen bzgl. der Kontaktierung zwischen Sensor und Kartusche gewonnen; zwischen diesen Messungen wurde der Sensor mehrmals aus seiner Halterung entnommen und neu eingebaut. Auf die Reproduzierbarkeit der absoluten Kapazitätswerte des Signals wird noch genauer eingegangen, zunächst wird der qualitative Verlauf des Signals betrachtet.

Ohne Flüssigkeit in Sensornähe wird eine konstante Kapazität gemessen, die im Folgenden als Leerkapazität C_{leer} bezeichnet wird. Fließt die Phasengrenze über den Sensor sinkt die Kapazität ausgehend von der Leerkapazität um $\Delta_{\text{min}} = 3,42\,\text{fF} \pm 0,02\,\text{fF}$ ab und es bildet sich ein Minimum im Kapazitätsverlauf. Daran anschließend steigt die

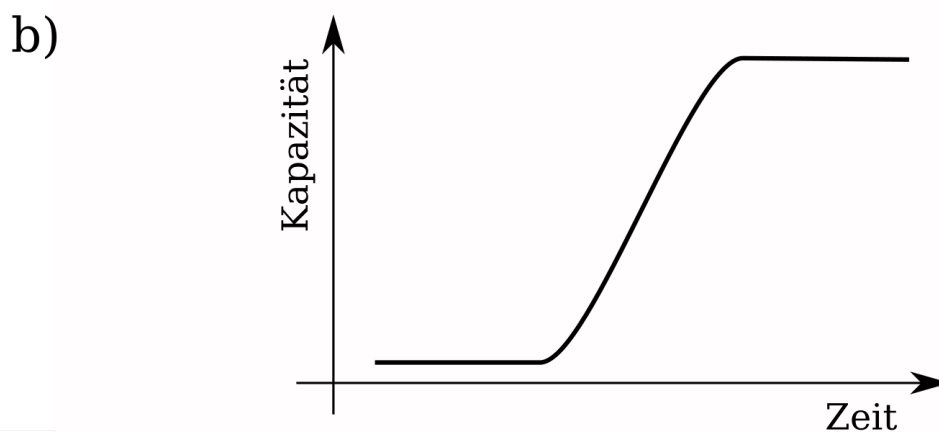
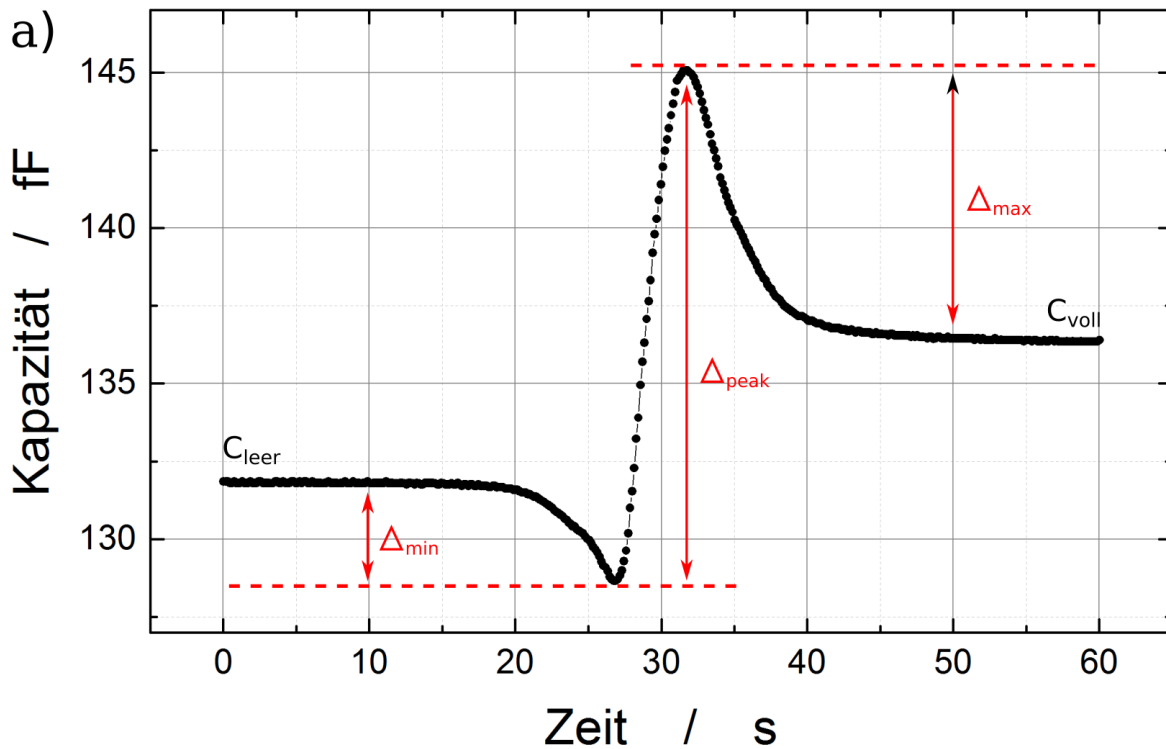


Abbildung 6.2.: Gegenüberstellung des Signals des MPS und eines Sensors ohne Schirmung. a) Die Darstellung zeigt einen mit einem MPS gemessenen Kapazitätsverlauf, aufgetragen gegen die Zeit; das Signal zeichnet sich durch einen Unter- und einen Überschwinger aus. Markierungen definieren die für die Diskussion des Sensorsignals relevanten Kapazitätsdifferenzen. Der netto Anstieg der Kapazität wird als C_{Hub} bezeichnet (nicht eingezeichnet). b) Die Darstellung zeigt schematisch den Kapazitätsverlauf für einen Sensor ohne Schirmung; hier sind keine Extrema vorhanden.

Tabelle 6.1.: Kapazitätsverhalten des Signalverlaufs

	Δ_{min} fF	Δ_{peak} fF	Δ_{max} fF
Kapazität	3,42	15,80	8,10
Abweichung	$\pm 0,02$	$\pm 0,15$	$\pm 0,50$

Kapazität steil an. Nach einem Anstieg Δ_{peak} von $15,80 fF \pm 0,15 fF$ folgt ein Maximum im Kapazitätsverlauf. Von diesem maximalen Wert sinkt die Kapazität wieder ab. Hat die Phasengrenze den Sensor vollständig passiert und befindet sich außerhalb des Einflussbereiches, nimmt die Kapazität wieder einen konstanten Wert an. Dieser wird als Vollkapazität C_{voll} bezeichnet. Die Abnahme der Kapazität vom Maximalwert zur Vollkapazität Δ_{max} beträgt hier $8,10 fF \pm 0,5 fF$. Die Ausprägung des Maximums ist doppelt so groß wie die des Minimums. Ein Vergleich zwischen Anfangs- und Endniveau zeigt einen netto Anstieg der Kapazität C_{Hub} um $4 fF$. Dieser Anstieg der Kapazität von C_{leer} auf C_{voll} spiegelt die Permittivitätsdifferenz des vollständig mit Wasser befüllten Kanals wieder. In Tabelle 6.1 sind die für den Signalverlauf spezifischen Kapazitätsdifferenzen zusammengestellt.

Zum Vergleich ist in Abbildung 6.2 b) der skizzierte Signalverlauf eines Sensors mit zwei koplanaren Elektroden ohne Schirmfläche dargestellt. Bewegt sich die Phasengrenze über den Sensor steigt die Kapazität stufenförmig an. Es zeigt sich der klassische stufenförmige Kapazitätsverlauf bei Änderung der Permittivität des Dielektrikums. Mit steigender Permittivität steigt auch die Kapazität an.

Der Verlauf der Kapazität des MPS verhält sich anders. Er ist gekennzeichnet durch ein Unter- und ein Überspringen. Durch diese zwei Extrema zeigt das Signal eine neue Charakteristik, die gegenüber dem klassischen Stufensignal von Vorteil ist. Das Signal des MPS liefert zwei einfach auswertbare, zeitlich getrennte Positionsinformationen der Phasengrenze. Das klassische Signal hingegen muss zunächst zweimal differenziert werden. Mit jeder Ableitung verschlechtert sich jedoch das Rauschverhalten um einen Faktor $\sqrt{2}$. Der MPS liefert daher eine genauere Positionsinformation. Neben der reinen Positionsdetektion kann daraus auch die Flussgeschwindigkeit der Phasengrenze mit einer hohen Genauigkeit berechnet werden. Des Weiteren verändert die zusätzliche Schirmelektrode nicht nur den Signalverlauf positiv, sondern schirmt den MPS eben auch gegen äußere elektrische Einflüsse ab. Allein dadurch wird bereits eine bessere Sensitivität und Reproduzierbarkeit des Signalverlaufs gegenüber dem klassischen, koplanaren Sensor ermöglicht.

Die Reproduzierbarkeit des Signalverlaufs wird im Folgenden betrachtet. Die in Tabelle 6.1 aufgeführten Kapazitäten zeichnen sich durch sehr kleine Abweichungen aus. Die größte Schwankung zeigt sich in C_{max} mit $\pm 0,50 fF$. Am besten lässt sich C_{min} zwischen den einzelnen Messungen reproduzieren.

Beim Einsetzen des Sensors in die Messzelle kommt es zu Abweichungen in der Lage von Sensor zu Kartusche. Diese beeinflussen die Einkopplung des Signals durch die Flüssigkeit. Durch eine gleichbleibende Qualität der mechanischen Kopplung zwischen Sensor und Kartusche lassen sich die gezeigten geringen Schwankungen der Kapazität erreichen. Darauf wird ausführlich in Kapitel 7.3.2 eingegangen.

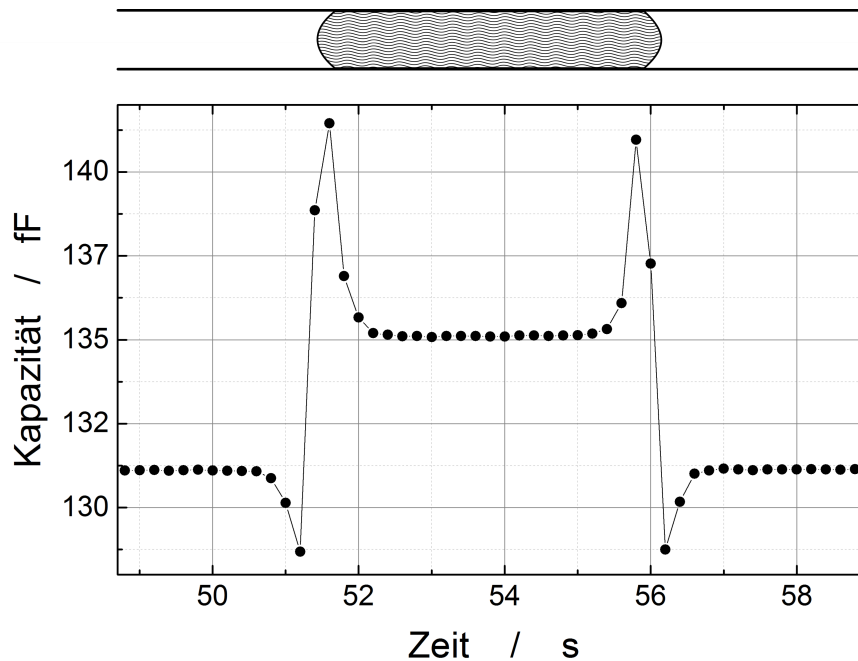


Abbildung 6.3.: Der Graph zeigt den Kapazitätsverlauf für einen Tropfen, also zwei Phasengrenzen die den Sensor passieren; die Kapazität zeigt vor und hinter dem Tropfen die gleiche Leerkapazität, der Sensor misst also unbeeinflusst von Vorbenetzungen der Kanalwände.

Wie in der Einleitung bereits erwähnt, werden durch mikrofluidischen Analysechips häufig mehrere kleine Flüssigkeitsvolumen hintereinander gepumpt. Im Hinblick auf die Reproduzierbarkeit des Signals müssen daher auch zurückgebliebene Benetzungen an den Kanalwänden berücksichtigt werden. Abbildung 6.3) zeigt den Signalverlauf eines solchen Flüssigkeitplugs, der von links nach rechts durch einen unbenetzten Kanal fließt und dabei benetzte Kanalwände zurücklässt. Die Kapazität ist gegen die Zeit aufgetragen. Die vordere Phasengrenze (Luft/Wasser), die die Elektroden zuerst passiert, zeigt den bereits vorgestellten Signalverlauf mit den typischen Unter- und Überschwüngen. Die hinter Phasengrenze (Wasser/Luft) verhält sich dazu spiegelbildlich. Zunächst erscheint ein Überschwinger, gefolgt von einem Unterschwinger. Die Extrema treten, wie zu erwarten, symmetrisch zur Mitte des Flüssigkeitplugs auf. Ein Vergleich der Leerkapazitäten vor und nach der Passage des Tropfen durch den Kanal zeigt, dass beide Kapazitätswerte gleich sind. Der MPS zeigt keine Abhängigkeit von zurückbleibenden Benetzungen der Kanalwand und kann somit auch zur Detektion aufeinanderfolgender Flüssigkeitsvolumen verwendet werden.

6.1.2 Die Feldverteilung

Der MPS besteht aus einem System von zwei für das Signal relevanten Kondensatoren. Den Ersten bilden die beiden Messelektroden, der Zweite wird von der Sendelektrode und der Schirmung gebildet. Durch die Phasengrenze wird die Verteilung des elektrischen Feldes zwischen diesen beiden Kondensatoren verändert. Das elektrische Feld wird an Phasengrenzen zwischen Materialien unterschiedlicher Permittivität gebrochen. FEM-Simulationen bieten eine sinnvolle Methode, um die elektrische Feldverteilung sichtbar zu machen und den resultierenden Kapazitätsverlauf zu analysieren. Die Feldverteilung des MPS wird mit dem vereinfachten Modell aus dem Kapitel 5.4 unter Nutzung des *Electric Current* Modul der Comsol Multiphysics Software simuliert.

In Abbildung 6.4 sind simulierte Feldverteilungen für verschiedene Positionen der Phasengrenze abgebildet. Die Darstellungen des Simulationsergebnisses zeigen eine seitliche Ansicht des Modells. Unter dem Kanal befinden sich außen die Schirmflächen und dazwischen die als Sender- und Empfänger bezeichneten Elektroden. Die Feldlinien starten an der Sendelektrode und enden auf der Empfängerelektrode und auf der Schirmung. Die Flüssigkeit fließt von links kommend durch den Kanal. Während die Flüssigkeit durch den Kanal fließt nimmt die Permittivität gegenüber dem luftgefüllten Kanal zu und bei gleichbleibender Spannung ergibt sich eine höhere Feldliniendichte bzw. ein stärkeres elektrisches Feld zwischen der Sende- und Empfangselektrode im Kanal.

Die Darstellung des Feldverlaufs (I) zeigt die stationäre Verteilung des elektrischen Feldes für einen leeren Kanal. Ausgehend von der Sendelektrode breitet sich das Feld symmetrisch aus. Das elektrische Feld koppelt sowohl in die Empfangselektrode, als auch in die umgebende Schirmelektrode ein. Dabei verlaufen die Feldlinien auf quasi halb-elliptischen Bahnen. Der Sensor liefert für diese Konfiguration ein konstantes Signal, die Leerkapazität. Die Größe der Kapazität ist abhängig von den Materialien der mikrofluidischen Kartusche und des Sensors. Sind die Absolutwerte der Kapazität für die Auslegung der Messelektronik relevant, so sind sie für die Erkennung der Phasengrenze nicht entscheidend. Für die Erkennung der Phasengrenze ist die Höhe der relativen Änderungen im Signalverlauf wichtig.

In der zweiten Feldverteilung (II) aus Abbildung 6.4 ist die Flüssigkeitsfront bereits von links kommend bis zur Mitte des Sensors vorangeschritten und befindet sich zwischen Sende- und Empfängerelektrode. Während die Phasengrenze zu dieser Position fließt wird am MPS ein abnehmender Kapazitätswert gemessen. Im Bereich des mit Flüssigkeit gefüllten Kanals liegt eine höhere Permittivität vor. Diese Änderung der Permittivität ruft konkurrierende Effekte hervor. Dazu werden die in Abbildung 6.5 dargestellten drei Ausschnitte der Feldverteilung im Bereich der Phasengrenze betrachtet. In Ausschnitt 6.5 a) befindet sich die Phasengrenze noch über der Schirmung. Durch die Ausrichtung der Polarisationsladungen im Wasser werden die Feldlinien zur Phasengrenze hin abgelenkt, statt auf die Empfängerelektrode einzukoppeln. An der Phasengrenze werden die Feldlinien gebrochen. Da sie trotz Ablenkung durch die Polarisationsladungen schräg zur Phasengrenze auftreffen, werden die Feldlinien vom Lot weg gebrochen und treffen beinahe senkrecht auf die Schirmung auf. Das elektrische Feld wird somit durch die Wassergrenzfläche von der Empfängerelektrode abgezogen

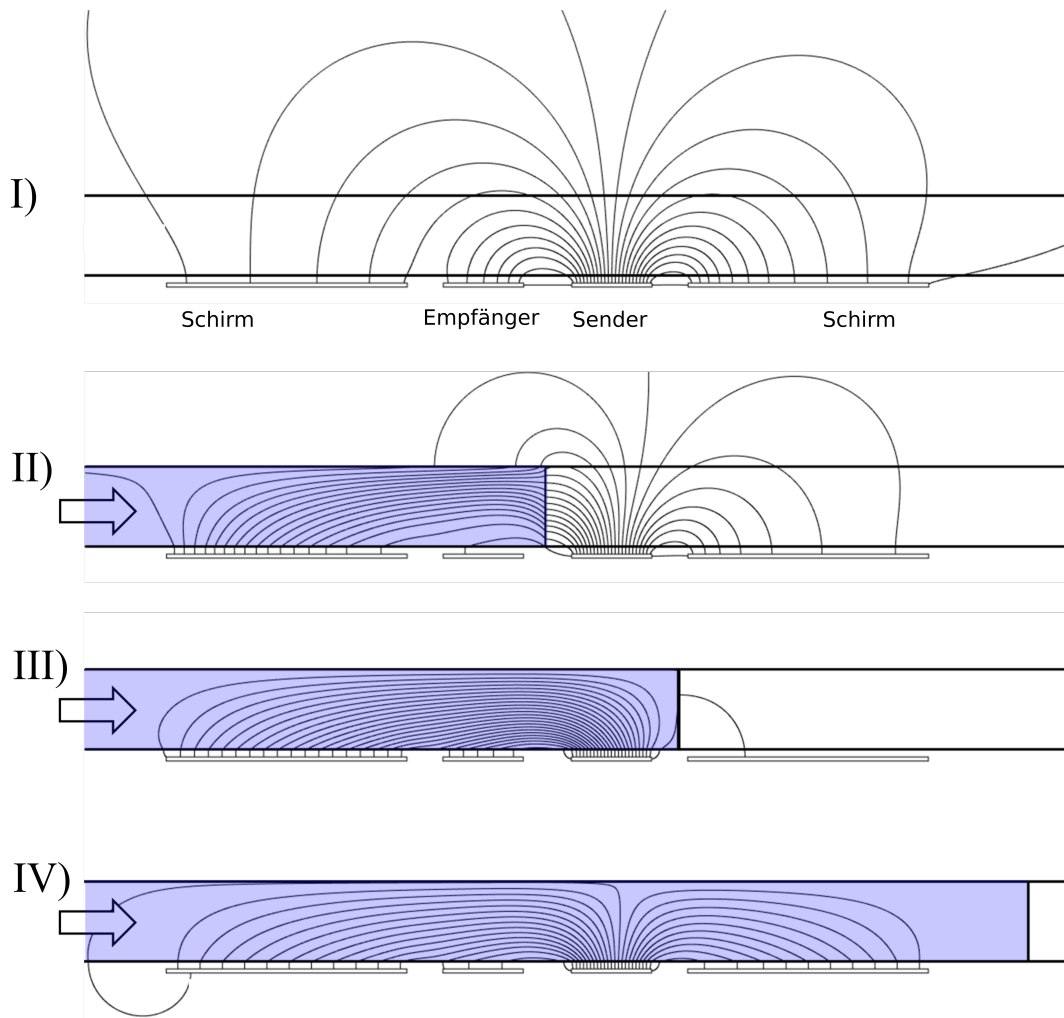


Abbildung 6.4.: Simulation der Feldverteilung für verschiedene Positionen einer Wasserfront im Kanal relativ zur Lage der Elektroden des MPS. I: Gleichgewichtsverteilung in einem leeren Kanal. II: Verteilung für eine Wasserfront mittig über dem Sensor, dh. zwischen Sende- und Empfangselektrode. Die Feldlinien werden an der Grenzfläche Luft/Wasser gebrochen und abgelenkt. Dadurch koppeln weniger Feldlinien in die Empfängerelektrode ein und das Signal zeigt ein Minimum. III: Die Wasserfront hat die Sendelektrode passiert. Das Feld breitet sich fast vollständig in der Flüssigkeit aus und die Einkopplung in die Empfangselektrode wird maximal. IV: Gleichgewichtsverteilung für einen gefüllten Kanal.

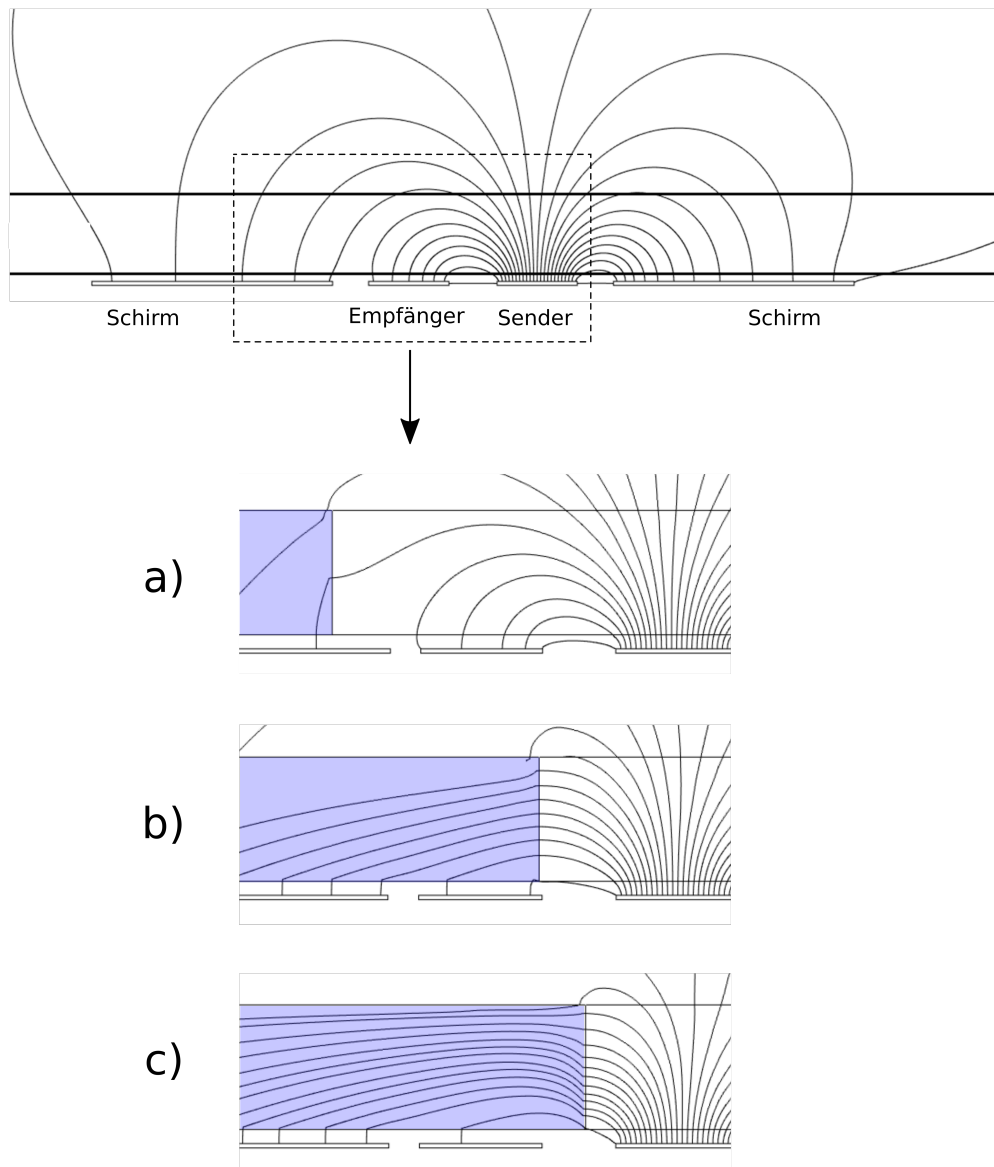


Abbildung 6.5.: Simulation der Feldbrechung an der Phasengrenze. Die obere Abbildung zeigt die Gleichgewichtsverteilung in einem leeren Kanal. Darunter sind drei Ausschnitte mit voran fließender Phasengrenze abgebildet: a) Phasengrenze über der Schirmung zieht Feld durch Polarisationsladungen an. Die Feldlinien werden an der Phasengrenze vom Lot weg gebrochen und koppeln so vermehrt in die Schirmung ein im Vergleich zur Empfangselektrode. b) Feldlinien treffen senkrecht auf Phasengrenze, sie verlaufen durch die größere Permittivität flacher. Zusätzlich nimmt die Felddichte durch die Permittivitätsänderung zu. Die Simulation zeigt ein Minimum im Kapazitätsverlauf. c) Die Phasengrenze befindet sich mittig über dem Sensor, die Feldbrechung begünstigt weiterhin eine Einkopplung zur Schirmung, allerdings dominiert die Zunahme der Felddichte und die Kapazität steigt.

und auf die Schirmung geleitet. Infolge dessen sinkt die gemessene Kapazität unter die Leerkapazität ab. Dies entspricht dem beobachteten Abfall der Kapazität im gemessenen Kapazitätsverlauf (Abb. 6.2 a). In Ausschnitt b) ist die Phasengrenze bereits über die Empfängerelektrode geflossen. Die Feldlinien treffen für diese Position weitgehend senkrecht auf die Phasengrenze auf und werden daher nicht abgelenkt. Durch die wesentlich höhere Permittivität des Wassers verlaufen die Feldlinien hier flacher als im luftgefüllten Kanal. Das Feld wird dadurch weiter über die Empfängerelektrode geleitet und koppelt weiterhin verstärkt in die Schirmung ein. Zusätzlich zur Feldbrechung wirkt sich die Permittivität der Flüssigkeit auch auf die Ladungsmenge auf den Elektroden aus. Wird dem Sensor eine Spannung vorgegeben, so ändert sich die Ladungsdichte abhängig von der Permittivität des Dielektrikums im Kondensator. Gemessen wird die Kapazität des MPS im Sender-Empfänger-Kondensator. Während des Überfließens der ersten Elektrode steigt die Felddichte somit zum einen an, zum anderen wird zunehmend mehr Feld vom Sender-Empfänger-Kondensator auf den Sender-Schirm-Kondensator abgelenkt. An diesem Punkt dominiert die Feldbrechung und das an der Empfängerelektrode gemessene Signal nimmt einen minimalen Wert an. Fließt die Phasengrenze weiter, treffen die Feldlinien wieder unter einem Winkel kleiner 90° auf. Dies ist im Ausschnitt c) dargestellt. Die Front der Flüssigkeit befindet sich in der Mitte des Sensors. Durch die Krümmung der Feldlinien werden diese nun nach oben vom Lot weg gebrochen. Die Feldbrechung begünstigt weiterhin den Sender-Schirm-Kondensator, allerdings mit schwächerem Zuwachs als die Felddichte ansteigt. Da nun die zunehmende Feldstärke dominiert, steigt die gemessene Kapazität an. Die Position der Phasengrenze in Ausschnitt c) entspricht Abbildung 6.4 (II).

Im Feldverlauf (III) aus Abbildung 6.4 wird die zweite Elektrode vom Wasser vollständig bedeckt. Das elektrische Feld befindet sich nun fast ausschließlich im mit Wasser gefüllten Teil des Kanals. Durch die hohe Permittivität wird es von der Phasengrenze abgelenkt. Das von der Sende-Elektrode ausgehende Feld breitet sich ungebrochen in der Flüssigkeit aus. Dadurch können wieder mehr Feldlinien in die Empfängerelektrode einkoppeln und das Signal steigt steil an. Durch die Permittivität des Wassers steigt die Kapazität über das Ausgangsniveau an. Das Maximum im Kapazitätsverlauf ist erreicht, wenn die Flüssigkeit die zweite Elektrode vollständig bedeckt. Das Dielektrikum füllt vollständig den Raum zwischen Sende- und Empfangselektrode, also dem Messkondensator. In diesem Zustand ist die Ladung auf der Empfangselektrode maximal. Durch die Brechung an der Phasengrenze wird der maximale Feldanteil in Richtung der Messelektrode geleitet und der Feldanteil auf der gesamten Schirmelektrode ist minimal. Fließt die Flüssigkeit weiter, ändert sich der Auftreffwinkel der Feldlinien auf die Phasengrenze. Das Feld kann nun, vom Wasser geführt, wieder in den Anteil der Schirmelektrode hinter der zweiten Elektrode einkoppeln. Dadurch sinkt die Kapazität nach Erreichen des Maximums wieder ab.

Im vierten Feldverlauf (IV) ist der Gleichgewichtszustand für den gefüllten Kanal dargestellt. Hat die Phasengrenze die Sendelektrode vollständig überquert, sinkt das Signal auf einen zweiten stabilen Wert. Die Begrenzung des Feldes durch die Phasengrenze bewegt sich über die Schirmelektrode. Dadurch kann sich nun das Feld auch wieder in dieser Richtung ausbreiten. Die Felddichte auf der Empfängerelektrode sinkt wieder ab. Ist die Phasengrenze außerhalb des Einflussbereiches des Feldes, wird eine Gleichgewichtsverteilung des Feldes erreicht und ein konstantes Signal gemessen.

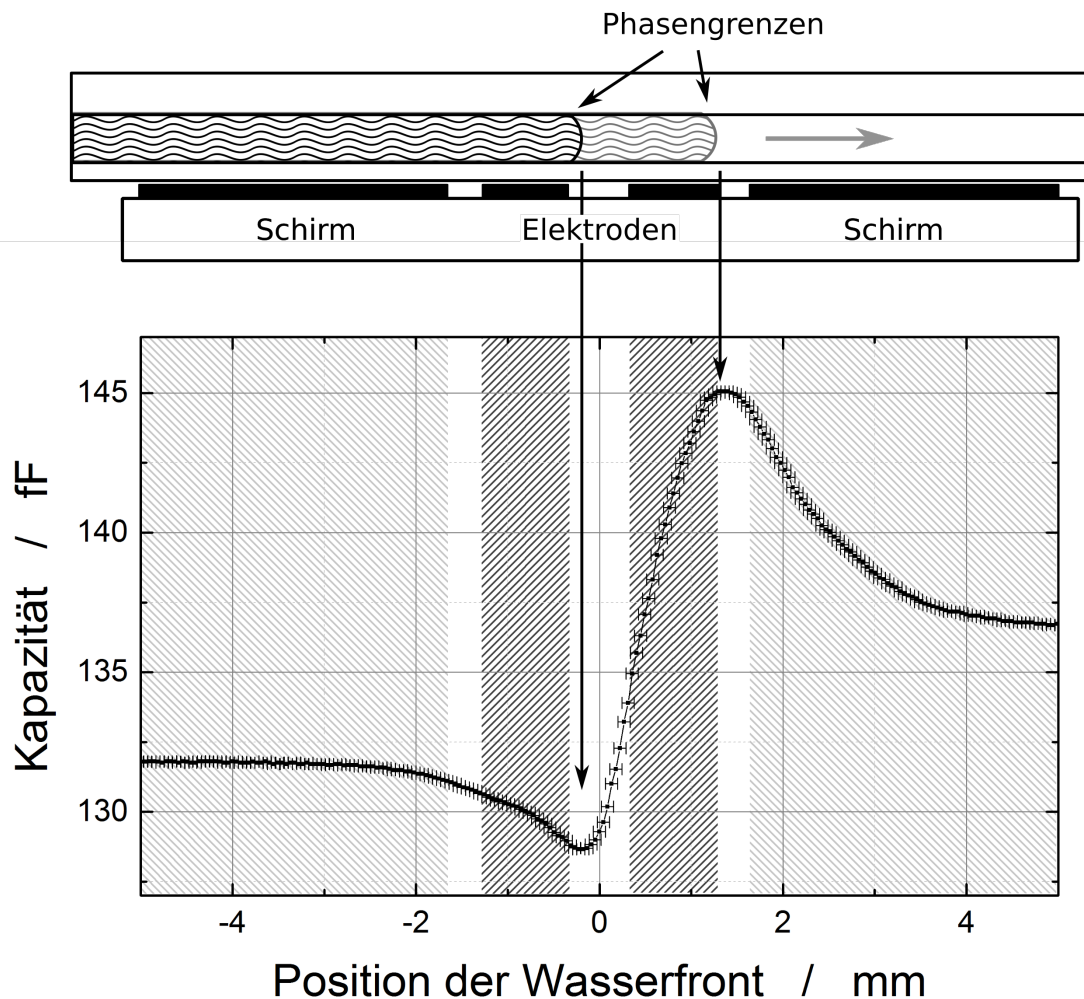


Abbildung 6.6.: a) Die Skizze zeigt den Sensor unter einem Mikrokanal mit von links kommender Phasengrenze. Der Graph darunter zeigt einen gemessenen Verlauf der Kapazität gegen die Position der Phasengrenze; schraffiert unterlegt sind die Positionen der Messelektroden und die Schirmung. Die Extrema des Signals fallen mit den mit Pfeilen markierten Positionen der Phasengrenze über den Elektroden zusammen.

Die Feldverteilung zwischen dem Sender-Empfänger Kondensator und dem Sender-Schirm Kondensator hängt von der Position der Phasengrenze ab. Zunächst wird der Sender-Schirm Kondensator begünstigt, wenn die Phasengrenze bis zur Mitte des MPS fließt und das Minimum im Signal erscheint. Fließt die Phasengrenze weiter über die zweite Hälfte des Sensors koppeln mehr Feldlinien über den Sender-Empfänger Kondensator ein und das Maximum im Signal wird erreicht. Das Auftreten der beiden Extrema im Kapazitätsverlauf kann also zwei spezifischen Positionen der Phasengrenze über den Elektroden zugeordnet werden. Aus dem Sensorsignal kann daher direkt die momentane Position der Phasengrenze gewonnen werden. Der Zusammenhang zwischen der Position der Phasengrenze und den Extrema wird im Folgenden genau betrachtet.

6.1.3 Positionsverhalten des Moving Plug Sensors

Die Messdaten liegen als Funktion der Zeit vor. Die Startposition der Phasengrenze im Kanal ist von Messung zu Messung unterschiedlich. Das Signal erscheint daher nicht zu festen Zeitpunkten und aus den Zeitwerten allein kann aus experimentellen Gründen die momentane Position der Phasengrenze über dem Sensor nicht abgeleitet werden. Durch die zusätzliche optische Frontverfolgung kann die Zeitachse als lineare Funktion des Ortes dargestellt werden. Die Umrechnung erfolgt mit Hilfe der Formel 5.6 aus dem Kapitel 5.2.4. Dadurch kann die Änderung der Kapazität gegen den zurückgelegten Weg der Phasengrenze aufgetragen werden. Die sich daraus ergebende Unsicherheit wird im Anhang A.2 berechnet. Die Mitte der Messelektroden ist als Position Null festgelegt, die Flüssigkeit fließt daher von links kommend von negativen zu positiven Ortswerten.

In Abbildung 6.6 ist für die Messung aus Abbildung 6.2 a) die Kapazität gegen die Position der Phasengrenze aufgetragen. Die Ortsunsicherheit durch die Umrechnung beträgt für diese Messung $\pm 55 \mu\text{m}$ und ist als Fehlerbalken der Messpunkte in der Abbildung eingetragen. Um die Positionsabhängigkeit des Signals hervorzuheben, sind an den Stellen der Elektroden und Schirmung schraffierte Flächen in den Graphen eingezeichnet. Über dem Graphen befindet sich eine Seitenansicht des Kanals mit dem MPS. Im Kanal ist die Phasengrenze an zwei Stellen eingezeichnet. Pfeile verweisen auf die entsprechenden Kapazitätswerte im Signalverlauf. Das Ortsverhalten der Phasengrenze wird anhand dieses Graphen exemplarisch dargestellt. Die Positionswerte selber stammen aus einer Mittelung über mehrere Messungen an dem entsprechenden Sensor zweiter Generation. Dessen Elektrodenabstand beträgt $683 \mu\text{m}$.

Die Phasengrenze beginnt ca. 3 mm vor Erreichen der Sensormitte das Signal zu beeinflussen. Dort befindet sich die Phasengrenze bereits über der Schirmelektrode. Die an der Empfängerelektrode gemessene Kapazität beginnt zu sinken. Während die Flüssigkeit weiterfließt und die erste Elektrode überstreicht, sinkt die Kapazität weiter unter das Ausgangsniveau des leeren Kanals ab, bis sie einen minimalen Wert erreicht. Dieser minimale Kapazitätswert wird gemessen, wenn sich die Phasengrenze $230 \mu\text{m} \pm 41 \mu\text{m}$ vor der Sensormitte befindet. Dem Minimum schließt sich ein monotoner Anstieg der Kapazität bis zum Erreichen eines Maximums an. Im Verlauf des Anstiegs bewegt sich die Phasengrenze über die zweite Elektrode. Die Position bei Erreichen des Maximums befindet sich $1226 \mu\text{m} \pm 41 \mu\text{m}$ hinter der Sensormitte. Bei dem verwendeten Sensor mit einem Elektrodenabstand von $683 \mu\text{m}$ und einer Elektrodenbreite von $925 \mu\text{m}$ liegt dieser Punkt nahe der äußeren Kante der zweiten Elektrode bei $1266 \mu\text{m}$. Die zwischen den Extrema zurückgelegte Strecke der Phasengrenze beträgt folglich $1456 \mu\text{m}$. Diese Distanz ist relevant für die Berechnung der Fließgeschwindigkeit aus dem Sensorsignal. Im Anschluss an die maximale Kapazität fällt der Wert wieder ab. Das zweite Gleichgewicht der Kapazität C_{voll} stellt sich nach einer Strecke von 5 mm ein.

Die Extrema im Sensorsignal des MPS fallen mit signifikanten Positionen der Phasengrenze über den Elektroden des Sensors zusammen. Empirisch ergibt sich eine minimale Kapazität, wenn die Phasengrenze ein Drittel des Elektrodenabstands vor der Sensormitte steht. Das Maximum wird erreicht, wenn die Phasengrenze die äußere Kante der Sendelektrode passiert hat.

Wählt man die Mitte des Sensors als Nullpunkt der Positionsachse, berechnen sich die Positionen p_{min} und p_{max} mit b als Elektrodenbreite zu

$$p_{min} = -\frac{g}{3} , \quad (6.1)$$

$$p_{max} = \frac{g}{2} + b , \quad (6.2)$$

mit g als Abstand der Elektroden zueinander. Diese Charakteristik des Signals ermöglicht es mit einem einzigen Sensor die Position der Phasengrenze an zwei definierten Stellen zu detektieren und daraus die Transportgeschwindigkeit der Phasengrenze zu berechnen.

Für die Positionsbestimmung sind die absoluten Werte der Kapazität nicht relevant. Die genauen Werte der Kapazitäten hängen von den verwendeten Materialien ab, und unterscheiden sich daher für verschiedene Sensoren und mikrofluidischen Kartuschen. Für die Positionsbestimmung muss das Auftreten der Extrema des Signals auswertbar sein. Einfacher als Extrema lassen sich die Nulldurchgänge des Signals auswerten. Die Ableitung eliminiert konstante Anteile im Signal, sodass die Messungen unabhängig von der absoluten Kapazität des Systems verglichen werden können.

Durch Bilden der Ableitung lassen sich die Extrema der Kurve als Nullstellen in der Ableitung darstellen. In Abbildung 6.7 ist die Ableitung des Kapazitätsverlauf gegen die Position aufgetragen. Da das Sensorsignal mit der konstanten Leerkapazität beginnt, starten die differenzierten Signale bei Null. Der Wert der Ableitung sinkt auf ein Minimum an der Stelle des ersten Wendepunkts des gemessenen Signals. Folglich steigt die Ableitung im weiteren Verlauf auf ein Maximum für den zweiten Wendepunkt im ursprünglichen Signal. Anschließend zeigt die Ableitung ein weiteres Minimum für den dritten Wendepunkt. Zwischen dem Extrema in der Ableitung befindet sich die für die Positionsauswertung relevanten Nulldurchgänge. Diese entsprechen den beiden Extrema des Originalsignals.

6.1.4 Der Moving Plug Sensor als Kantenfilter

Die als Rahmen um die Messelektroden angeordnete Schirmelektrode stellt die Schlüsselursache für das charakteristische Signal des MPS dar. Die Schirmelektrode kann durch die wandernde Position der Phasengrenze einen größeren oder kleineren Anteil des elektrischen Feldes von der Empfangselektrode abfangen. Dieses Verhalten spiegelt sich direkt in den Extrema des Signals wieder. Bedingt durch die Geometrie tritt das Minimum auf, wenn die Phasengrenze die innere Kante der ersten Elektrode passiert hat. Das Maximum im Kapazitätsverlauf stellt sich ein, wenn sich die Phasengrenze an der äußeren Kante der zweiten Elektrode befindet, d.h. die Flüssigkeit vollständig die zweite Elektrode überdeckt.

Ein Vergleich des stufenförmigen Signals eines ungeschirmten Sensors mit dem Signal des geschirmten MPS zeigt Parallelen zur Kantendetektion in der Bildverarbeitung. Eine Kante in einem Bild wird mathematisch durch einen Tangens-Hyperbolicus beschrieben. In diesem Fall beschreibt der Wendepunkt der Funktion den Mittelpunkt der Kante und ist daher der interessante Teil der Funktion. Ähnlich wie bei der Diskussion der Position der Extrema (Abb. 6.7) gilt auch hier, dass ein Nulldurchgang einer Funktion einfacher zu detektieren ist, als ein Wendepunkt. Wie bereits erwähnt werden durch Bilden der ersten Ableitung Wendepunkte auf Extrema abgebildet. Durch ein weiteres Ableiten werden damit die Extrema der ersten Ableitung zu Nulldurchgängen der zweiten Ableitung (Abb. 6.8). Die Filterfunktion aus der Bildbearbeitung, die auf dieser Technik beruht nutzt den Marr-Hildreth-Operator⁷⁵ zur Bildung der zweiten Ableitung und Detektion des Nulldurchgangs. Er stellt eine spezielle Form eines diskreten Laplace-Filters dar.

In dem hier zu betrachtenden Fall stellt die Phasengrenze im Kanal die zu findende Kante dar. Fließt die Phasengrenze über einen ungeschirmten, koplanaren Sensor wird ein einfaches Stufensignal gemessen. Der geschirmte MPS zeigt ein Signal mit den zwei charakteristischen Extrema. Das Signal des geschirmten Sensors gleicht bis auf das Vorzeichen der zweiten Ableitung des einfachen Stufensignals. Durch die Schirmfläche adaptiert der MPS die Filtereigenschaft des Marr-Hildreth-Operators und generiert ein Signal das der zweiten Ableitung des Stufensignals entspricht. Durch die zwei signifikanten Extrema stehen zwei Positionsinformationen der sich bewegenden Phasengrenze zur Verfügung.

Das Auftreten der Extrema fällt mit signifikanten Positionen der Phasengrenze über dem Sensor zusammen. Das erleichtert die Montage des Sensors in einem Analysegerät, da er direkt auf diese Punkte der Messelektroden ausgerichtet werden kann. Einen weiteren Vorteil stellt die Anzahl der Extrema dar. Aus einem Kapazitätsverlauf können zwei Positionsinformationen gewonnen werden. Dadurch kann die momentane Flussgeschwindigkeit berechnet werden. Der Sensor kann also nicht nur zur Positionskontrolle, sondern auch direkt zur Messung der momentanen Fließgeschwindigkeit benutzt werden.

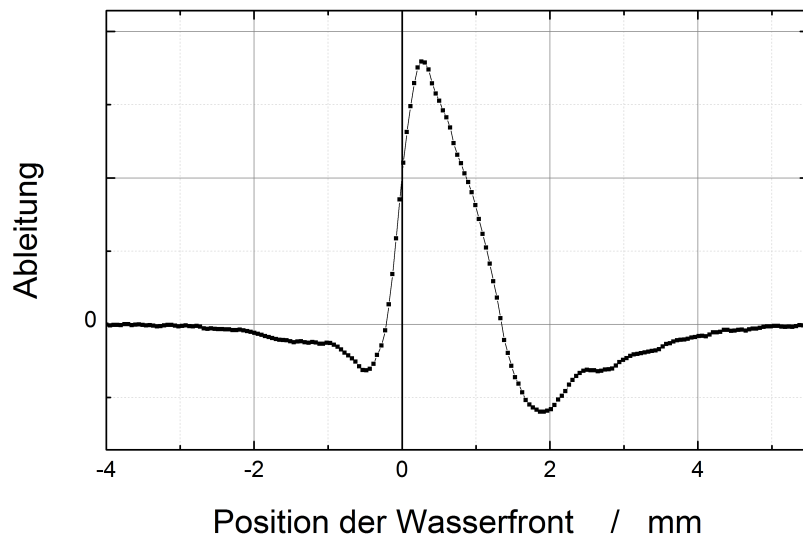


Abbildung 6.7.: Dargestellt ist die Ableitung des Kapazitätsverlaufes gegen die Position der Phasengrenze. Die charakteristischen Extrema des Signals werden zu Nulldurchgängen. Die Ableitung bietet einen einfachen Zugang zur Auswertung der Position der Phasengrenze.

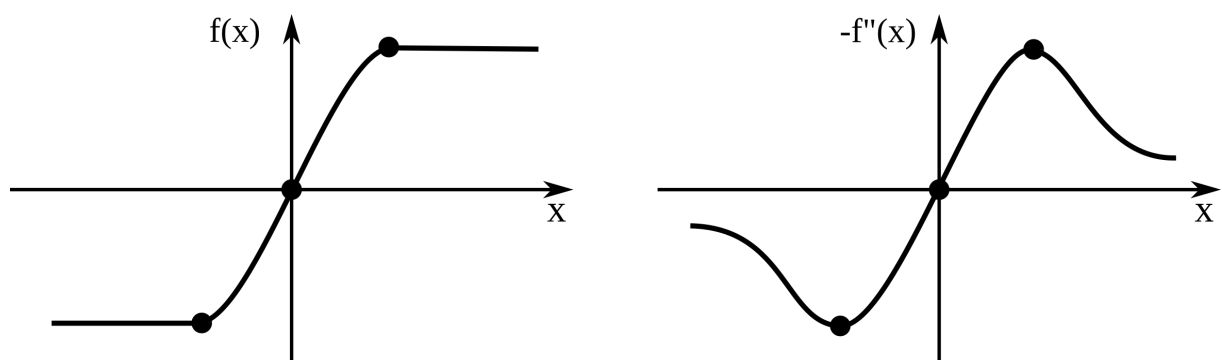
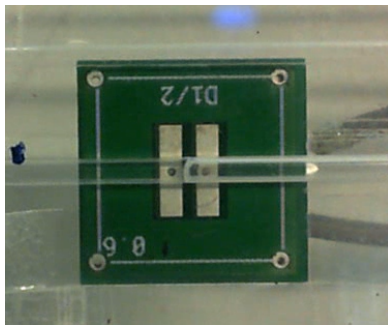
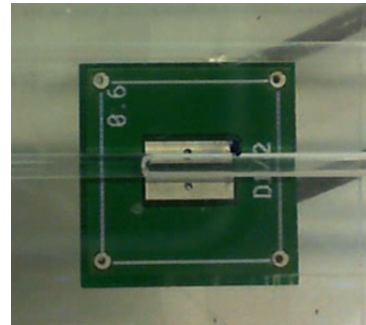


Abbildung 6.8.: Skizziert ist der Verlauf einer Stufenfunktion und ihrer inversen zweiten Ableitung. Am Wendepunkt der Funktion $f(x)$ geht die zweiten Ableitung durch den Nullpunkt. Die Knicke der Stufenfunktionen werden zu Extrema in der zweiten Ableitung.



(a)



(b)

Abbildung 6.9.: Die Bilder zeigen zwei Möglichkeiten den Kanal über dem Sensor auszurichten. Der Kanal ist a) senkrecht b) parallel zu den Elektroden.

6.1.5 Ausrichtung des Moving Plug Sensors zum Kanal

Für den vorgestellten Signalverlauf wurden die Sensorelektroden senkrecht zum Kanal ausgerichtet (Abb. 6.9a). Die Geometrie des Sensors erlaubt auch eine parallele Ausrichtung. In diesem Fall liegen die beiden Messelektroden rechts und links vom Kanal und der Kanal selber verläuft über dem Gap zwischen den Elektroden (Abb. 6.9b).

In Abbildung 6.10 sind die Kapazitätsverläufe für beide Varianten gegen die Position der Phasengrenze aufgetragen. Die Messungen wurden mit einem Sensor mit $644\,\mu\text{m}$ Elektrodenabstand durchgeführt. Teilabbildung a) zeigt den bekannten Verlauf bei senkrechter Ausrichtung. In Teilabbildung b) sieht man den Verlauf bei paralleler Ausrichtung.

Den beiden Verläufen ist gemein, dass sie die charakteristischen Extrema zeigen. Die Verwertbarkeit der Extrema ist hingegen unterschiedlich. Für die parallele Ausrichtung fällt zum einen das Minimum wesentlich schwächer aus, als bei der senkrechten Messung. Für Flüssigkeiten mit geringerer Permittivität ist zu erwarten, dass das Minimum nicht mehr eindeutig auswertbar ist. Bei der parallelen Ausrichtung besteht zudem die Möglichkeit, dass der Kanal nicht mittig über den Elektroden liegt, sondern in Richtung einer Elektrode parallel verschoben ist. Der Einfluss auf das Signal ist in Abbildung 6.11 zu sehen. Der Graph zeigt, dass das Signal stark abhängig ist von der Position des Kanals. Bereits bei einer Verschiebung von $0,8\,\text{mm}$ sind die Ausprägungen der Extrema stark zurückgegangen, bei dieser Verschiebung liegt der Kanal bereits über einer der Elektroden.

In Kapitel 7.3.1 wird detailliert gezeigt, dass die Toleranz der senkrecht zum Kanal ausgerichteten Elektroden gegenüber einer seitlichen Verschiebung des Kanals wesentlich größer ist, als dies für die parallel ausgerichteten Elektroden der Fall ist. Die senkrechte Positionierung bietet also gleich mehrere Vorteile gegenüber der parallelen. Diese sind zum einen die Ausprägung und Auswertbarkeit des Minimums und zum anderen auch die einfachere Montage. Für die parallele Montage müsste eine sehr exakte Platzierung des Sensors zwischen den Elektroden gewährleistet sein. Hier bietet die senkrechte Ausrichtung weit höhere Toleranzen, die eine einfachere und günstigere Fertigung der Analyseeinheit ermöglichen.

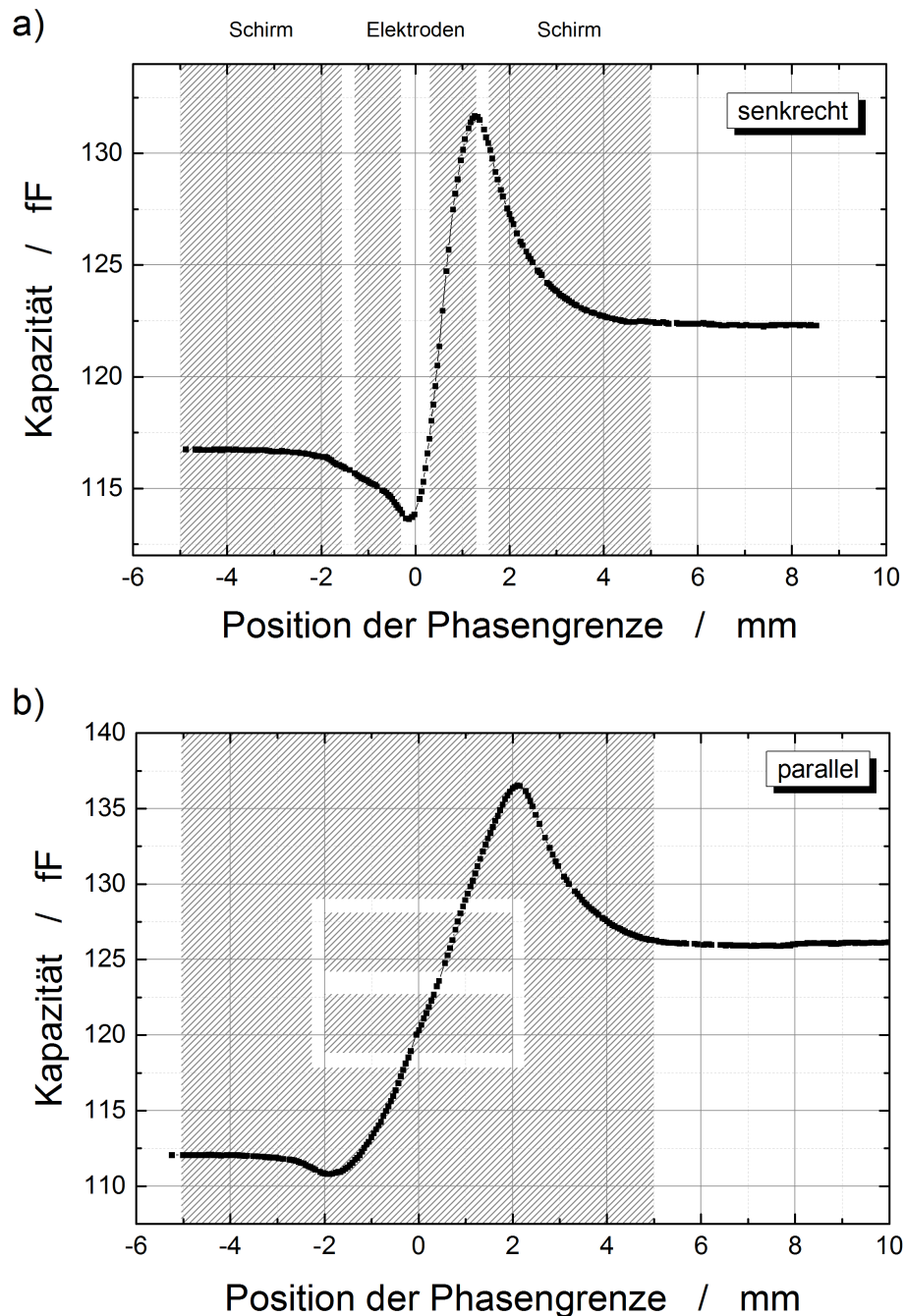


Abbildung 6.10.: Der MPS kann in zwei Orientierungen unter dem mikrofluidischen Kanal angebracht werden. a) zeigt das Signal für eine senkrechte Anordnung von Kanal und Elektroden. Die senkrechte Montage bietet zwei Vorteile. Zum einen sind die Extrema stärker ausgeprägter und damit leichter auszuwerten. Zum anderen ist das Signal toleranter gegenüber seitlichen Verschiebungen des Sensors zum Kanal. b) zeigt das Signal des Sensors wenn die Elektroden parallel zum Kanal verlaufen und der Kanal mittig zwischen den Elektroden ausgerichtet ist.

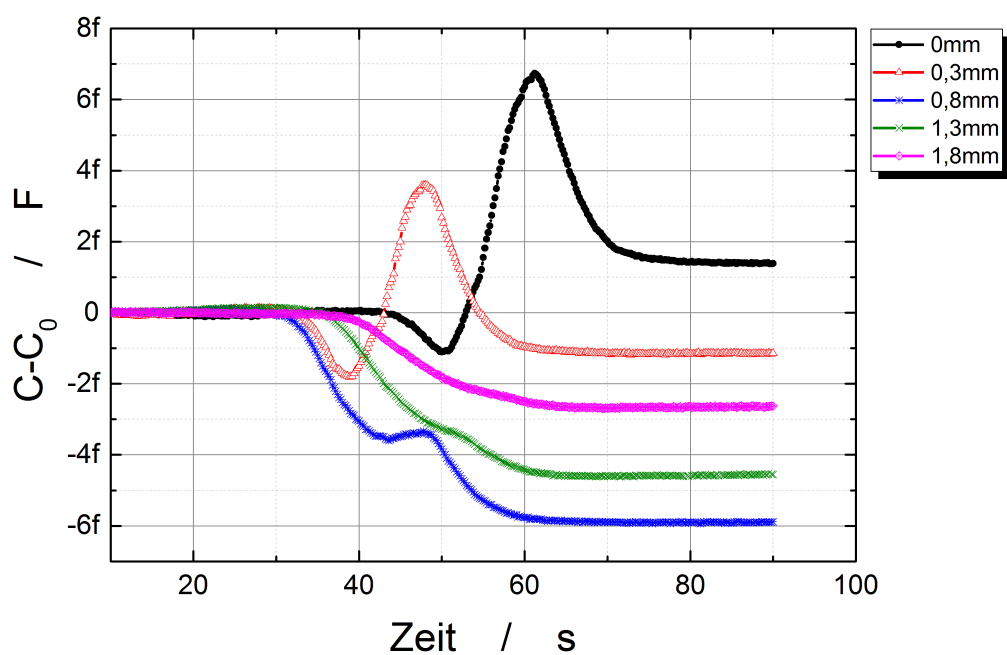


Abbildung 6.11.: Aufgetragen sind Signalverläufe für Messungen an einem Sensor mit $600\,\mu\text{m}$ Elektrodenabstand und parallel verlaufendem Kanal. Eine perfekte Ausrichtung ($0\,\text{mm}$) liegt vor, wenn die Kanalachse exakt über der Mittellinie zwischen den Elektroden verläuft. Bei einer Verschiebung von $0,8\,\text{mm}$ liegt der Kanal vollständig über einer Elektrode und bei $1,8\,\text{mm}$ befindet sich der Kanal jenseits der Elektroden.

6.2 Simulation des Moving Plug Sensors

Das zwei-Kondensatorsystem des MPS bedingt eine besondere Signalform durch die Verlagerung des elektrischen Felds zwischen den beiden Kondensatoren. Die Theorie der Feldverlagerung wird durch Simulationen an einem stark vereinfachten Modell des Sensors gestützt (Kapitel 6.1.2). Das vereinfachte Modell ist ausreichend für Untersuchung der Abhängigkeit der Feldverteilung von der Position der Phasengrenze. Simulationen werden in dieser Arbeit auch verwendet, um das Verhalten des Sensors für verschiedene, experimentell schwer zugängliche Parameter zu untersuchen. Dafür ist ein Modell notwendig, das geringere Abweichungen zum Experiment aufweist.

Für eine genauere Untersuchung des Kapazität- und Positionsverhalten müssen alle Materialien aus denen Sensor und Kartusche aufgebaut sind berücksichtigt werden. Abbildung 6.12 zeigt ein Bild des erweiterten Modells (Kapitel 5.4). Der Sensor besteht in der Basis aus dem Platinenmaterial, den Elektrodenflächen auf beiden Seiten und dem Schutzlack darüber. Die mikrofluidische Kartusche besteht aus dem PMMA Körper mit dem gefrästen u-förmigen Kanal und der Deckelfolie, die den Kanal schließt.

Die elektrischen Eigenschaften der Materialien beeinflussen die Ladungsmenge auf den Elektroden und damit die Höhe der Kapazität die am Sensor gemessen wird. Dabei liefern die Materialien des Sensors die sich unterhalb der Messelektroden befinden einen konstanten kapazitiven Beitrag. Sowohl Schutzlack, Deckelfolie, als auch das Kartuschenmaterial haben darüber hinaus einen Einfluss auf die Feldbrechung. Zunächst werden die Feldlinien an der Deckelfolie gebrochen. Die so gebrochenen Feldlinien treffen unter einem anderen Winkel auf die Phasengrenze auf, wodurch sich sowohl der Brechungswinkel in der Flüssigkeit, als auch der Auftreffort auf den Elektroden ändert. Genauso ändert die Brechung an der Kanaloberseite den Verlauf des Feldes. Der Einfluss der Schutzlackschicht auf die Feldbrechung ist wegen ihrer relativ geringen Dicke verglichen mit den anderen Stoffe vernachlässigbar. Für die absolute Höhe des Kapazitätswertes und den Abstand zwischen Kanal und Sensor ist sie jedoch relevant und wird daher auch in den Simulationen berücksichtigt.

Die geometrischen und elektrischen Eigenschaften des verwendeten Modells können Kapitel 5.4 entnommen werden.

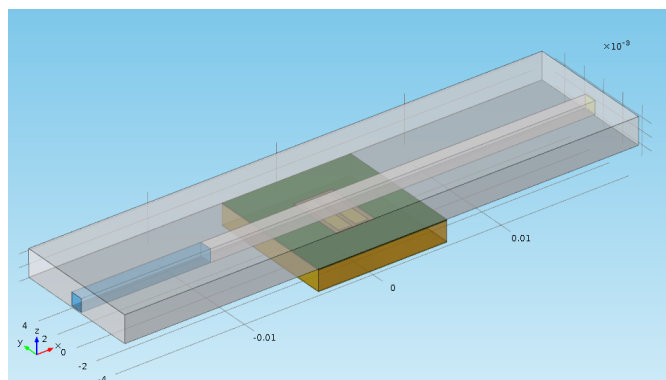


Abbildung 6.12.: Vollständiges Modell des MPS unter einer mikrofluidischen Kartusche mit einem Kanal.

6.2.1 Vergleich der Simulation mit Messungen

In Abbildung 6.13 wird ein gemessener mit einem simulierten Kapazitätsverlauf für Wasser verglichen. Aufgetragen sind die Differenz aus der gemessenen Kapazität und Leerkapazität gegen die Position der Wasserfront.

Die Kurve (schwarz) zeigt den gemessenen Kapazitätsverlauf. Verwendet wurde dafür ein Sensor zweiter Generation mit $376\,\mu\text{m}$ Elektrodenabstand und einer Elektrodenbreite von $924\,\mu\text{m}$. Die rote Kurve stellt den simulierten Kapazitätsverlauf dar. Dabei beträgt der Elektrodenabstand $300\,\mu\text{m}$ und die Elektroden sind $1000\,\mu\text{m}$ breit. Die Abweichungen zu den Werten der Simulation sind bedingt durch die Toleranzen der Herstellung der MPS (Kapitel 5.1.2, Tabelle 5.1).

Abbildung 6.14 vergleicht die Leerkapazitäten C_{leer} aus der gezeigten Simulation (Dreieck) mit Messwerten (Kreise) für MPS mit Elektrodenabständen von $160\,\mu\text{m}$ bis $600\,\mu\text{m}$. Die Messwerte bilden in erster Näherung einen linearen Verlauf über $1/g$. Dabei liegt die Leerkapazität für einen MPS mit $336\,\mu\text{m}$ bei $175\,\text{fF} \pm 0,1\,\text{fF}$ und für einen MPS mit $376\,\mu\text{m}$ Elektrodenabstand bei $155\,\text{fF} \pm 5\,\text{fF}$. In der Simulation wird ein Wert von $144\,\text{fF}$ erreicht. Der Wert der Simulation liegt ca. $35\,\text{fF}$ unterhalb der aus dem Messverlauf erwarteten Leerkapazität für einen MPS mit $300\,\mu\text{m}$ Elektrodenabstand.

Vergleich des Kapazitätsverlauf

Die Formen beider Kurvenverläufe in Abbildung 6.13 stimmen qualitativ überein. Auch in der Simulation zeigen sich die beiden charakteristischen Extrema. Wie im Kapitel über die Signalform (Kap.6.1.1), werden die Signalverläufe durch drei charakteristische Kapazitätsdifferenzen beschrieben. Mit Δ_{peak} wird die Differenz von maximaler zu minimaler Kapazität bezeichnet. Die Differenz zwischen Leerkapazität und Minimum wird durch Δ_{min} beschrieben, und Δ_{max} beschreibt die Differenz zwischen Maximum und Vollkapazität.

Die Darstellung des gemessenen und simulierten Kapazitätsverlaufs wurde um den jeweiligen kapazitiven Offsets (C_{leer}) bereinigt. Ausgehend von der Leerkapazität sinkt die Kapazität in beiden Verläufen auf ein Minimum ab. Die Abbildung zeigt, dass das Signalverhalten im Minimum von der Simulation zuverlässig abgebildet wird. In der Messung beträgt der Kapazitätsabfall Δ_{min} $4,0\,\text{fF} \pm 0,2\,\text{fF}$. In der Simulation liegt der Wert bei $3,5\,\text{fF}$.

Vom Minimum aus steigt die Kapazität in beiden Verläufen an, bis ein Maximum erreicht wird. In der Abbildung zeigt sich, dass Δ_{peak} in der Simulation höher ausfällt, als in der Messung. Während der Kapazitätsunterschied zwischen den gemessenen Extrema bei $15,3\,\text{fF} \pm 0,3\,\text{fF}$ liegt, steigt die Kapazität in der Simulation um $32\,\text{fF}$ an. Die Simulation überschreitet den Anstieg Δ_{peak} um einen Faktor Zwei.

Ausgehend vom Maximum sinkt die Kapazität in beiden Verläufen auf die Vollkapazität. Die Differenz Δ_{max} zwischen dem Maximalwert und der Vollkapazität beträgt für die Messung $8,6\,\text{fF} \pm 0,1\,\text{fF}$. In der Simulation fällt die Kapazität um $14,3\,\text{fF}$ ab, was etwa dem Doppelten des gemessenen Wertes entspricht. Die betrachteten Kapazitätsdifferenzen sind in Tabelle 6.2) zusammengefasst.

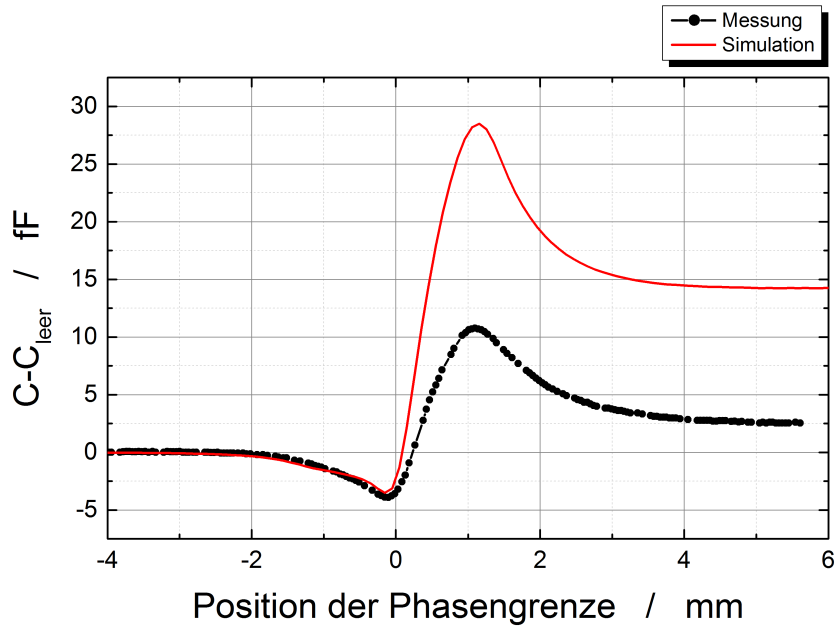


Abbildung 6.13.: Der Graph zeigt Messung und Simulation einer Wasser-Luft Phasengrenze. Aufgetragen ist die Differenz zwischen Kapazität und Leerkapazität gegen die Position der Phasengrenze. Durch die große Permittivitätsänderung sind die Extrema stark ausgeprägt. Der erwartete Anstieg der Kapazität aus der Simulation übersteigt den gemessenen Anstieg im Experiment.

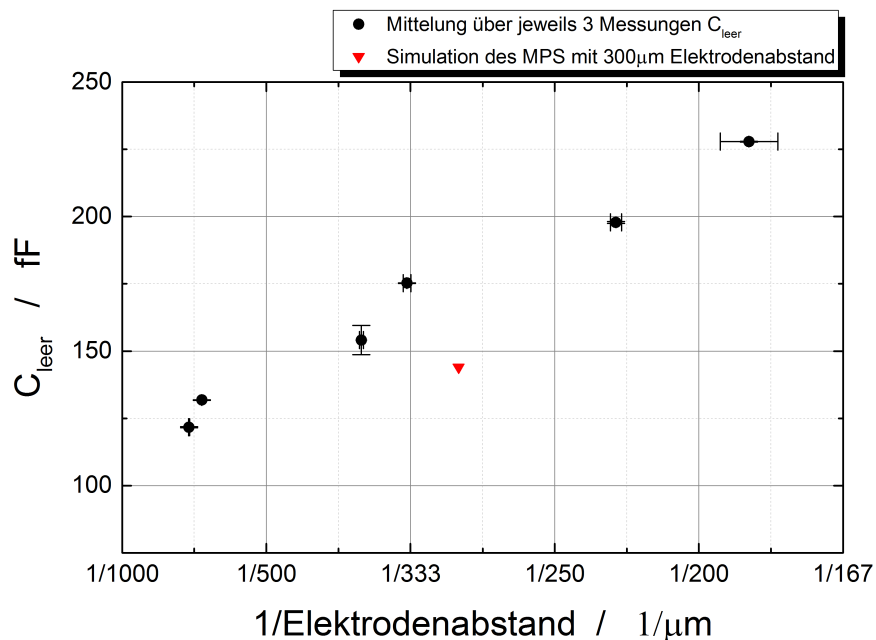


Abbildung 6.14.: Der Graph vergleicht eine simulierte Leerkapazität C_{leer} mit dem Verlauf der gemessenen Leerkapazität. Aufgetragen sind C_{leer} gegen den Elektrodenabstand $1/g$. Die gefüllten Kreise bilden Messwerte ab und das Dreieck markiert C_{leer} der Simulation am MPS mit $g = 300 \mu m$.

Mit der Simulation lassen sich qualitativ gute Aussagen über den Signalverlauf treffen. Quantitativ ergeben sich Unterschiede, die, wie in Kapitel 6.2.2 ausführlich diskutiert wird, durch idealisierte Materialeigenschaften und eine nicht perfekte Einkopplung des Signals in die Kartusche entstehen.

Vergleich der Positionsbestimmung der Flüssigkeitsfront

Um die Positionen der Extrema aus der Messung mit denen der Simulation zu vergleichen, werden die Ableitungen der Signalverläufe aus Abbildung 6.13 betrachtet. Diese Form der Darstellung wurde in Kapitel 6.1.3 beschrieben. Die Extrema finden sich in den Nullstellen der Ableitung wieder. Dadurch lassen sich Messung und Simulation in dieser Darstellung direkt miteinander vergleichen. Die Sensormitte stellt den Nullpunkt der Positionsachse dar. Somit hat die erste Elektrode negative Koordinaten und die zweite Elektrode positive.

Zuerst wird das Positionsverhalten des Minimums betrachtet. In der Simulation tritt das Minimum bei einer Position von $-150\text{ }\mu\text{m}$ auf. Das entspricht der inneren Kante der ersten Elektrode. In der Simulation hat die Flüssigkeit die erste Elektrode gerade vollständig überflossen, wenn die Einkopplung zwischen Anregungs- und Messelektrode am kleinsten ist. In der Messung liegt das Minimum bei $-137\text{ }\mu\text{m} \pm 44\text{ }\mu\text{m}$. Diese Position befindet sich zwischen beiden Elektroden. Im Experiment ist die Phasengrenze bei der minimalen Einkopplung also weiter vorangeflossen als in der Simulation.

Um eine Gesetzmäßigkeit zwischen der Position des Minimums aus Messung und Simulation zu erhalten, wird der simulierte Wert auf den realen Elektrodenabstand des MPS übertragen. Die innere Kante der ersten Elektrode liegt beim realen MPS bei $188\text{ }\mu\text{m}$, da der Elektrodenabstand mit $376\text{ }\mu\text{m}$ größer ist als in der Simulation mit $300\text{ }\mu\text{m}$ angenommen wurde. Drückt man den Zusammenhang zwischen Erscheinen des Minimums und der Position der Phasengrenze p in Abhängigkeit von Elektrodenabstandes G aus, erhält man

$$\text{Minimum : } p_{exp} = -\frac{G}{3} , \quad p_{sim} = -\frac{G}{2} . \quad (6.3)$$

Der zweite Nulldurchgang in Abbildung 6.15 zeigt die Position des Maximums. In der Simulation wird das Maximum bei $1150\text{ }\mu\text{m}$ erreicht. Beachtet man die Breite der Elektroden von $1000\text{ }\mu\text{m}$ und den Elektrodenabstand von $300\text{ }\mu\text{m}$ entspricht der Positionswert der äußere Kante der zweiten Elektrode. Auch hier muss der Wert auf die in der Messung verwendeten Maße von Elektrodenabstand und Elektrodenbreite umgerechnet werden. Dabei ergibt sich ein Wert von $1188\text{ }\mu\text{m}$.

In der Messung wird ein Wert von $1088\text{ }\mu\text{m} \pm 44\text{ }\mu\text{m}$ erreicht. Vergleicht man beide Werte, erreicht die Messung 97% des simulierten Wertes. Damit stimmen Simulation und Messung in der Position des Maximums gut überein. Die Position des Maximums wird von der Simulation zuverlässig vorhergesagt.

$$\text{Maximum : } p_{exp} = p_{sim} = \frac{Gap}{2} + b , \quad (6.4)$$

dabei bezeichnet b die Elektrodenbreite.

Tabelle 6.2.: Gegenüberstellung der signifikanten Kapazitätsdifferenzen des MPS-Signalverlaufs von Simulation und Messung.

	Simulation	Messung
Δ_{Peak}	32,0 fF	14,7 fF
Δ_{min}	3,5 fF	3,9 fF
Δ_{max}	14,3 fF	8,3 fF

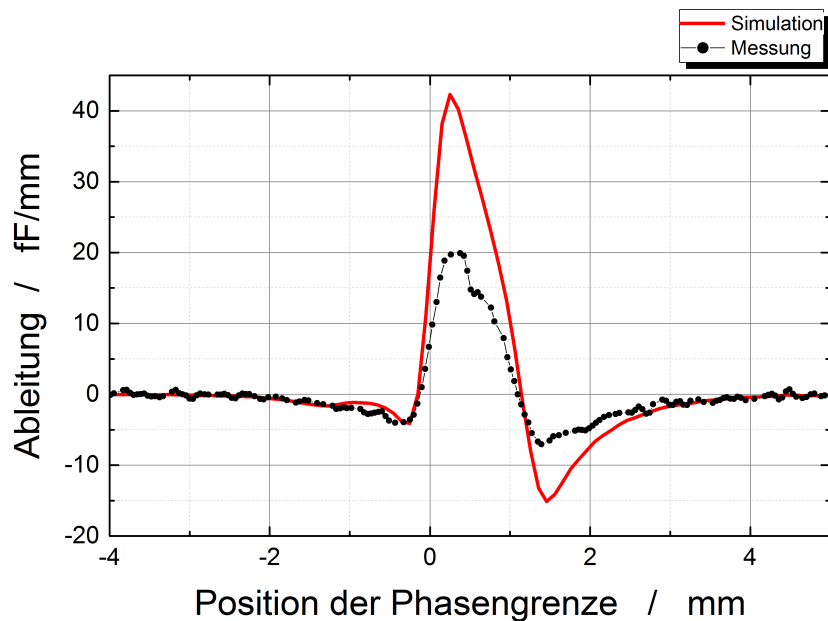


Abbildung 6.15.: Der Graph zeigt die Ableitung des Kapazitätsverlaufs einer Messung und einer Simulation einer Wasser-Luft Phasengrenze. Aufgetragen ist die Ableitung gegen die Position der Phasengrenze. Diese Darstellung zeigt geringe Unterschiede in der Positionsbestimmung zwischen dem gemessenen und simulierten Werten.

6.2.2 Ursachen für Unterschiede der Kapazitätswerte

Durch eine Simulation kann ein reales System nicht vollkommen exakt abgebildet werden. Sowohl das geometrische Modell, als auch die mathematische Formulierung der Simulation treffen Annahmen zur Vereinfachung des realen Systems. Diese Vereinfachungen können nicht vollständig unterbleiben. Bzgl. der Kapazitätswerte zeigt die Simulation in zwei Punkten Unterschiede zur Messung. Zum einen zeigen Simulation und Messung Abweichungen in der Höhe der jeweiligen Leerkapazität. Zum anderen steigt die Kapazität unterschiedlich stark bis zum Maximum, wenn die Flüssigkeit über den Messbereich des MPS fließt.

Leerkapazität

Vergleicht man die Leerkapazität, ist der simulierte Wert um $30 fF$ geringer als der gemessene. Verschiedene Parameter beeinflussen den Wert der Leerkapazität. Hauptsächlich verantwortlich dafür sind die elektrischen Eigenschaften der simulierten Dielektrika. Zudem wird die Simulation auch durch Abweichungen in der Geometrie des Sensors beeinflusst.

Die betrachteten elektrischen Eigenschaften sind die Permittivität und Leitfähigkeit der mikrofluidischen Kartusche und des Sensors. In der Simulation wird von homogenen, isotropen Stoffen ausgegangen. Sowohl Leitfähigkeit, als auch Permittivität werden daher über Skalare beschrieben. Für die meisten verwendeten Materialien trifft dies auch zu. Für das Substrat des Sensors ist die Annahme nicht ganz zutreffend. Berücksichtigt man den Aufbau des Platinenträgers wird deutlich, dass der verwendete Wert einen Mittelwert darstellt. Der Sensorkörper ist geschichtet aufgebaut aus Glasfaserplatten, die mit Epoxitharz verklebt sind. Besonders in Feldrichtung zwischen rückseitiger Schirmung und oberseitigen Elektrodenflächen ist das Material nicht homogen. Durch die relativ geringen Permittivitätsunterschiede der beiden Materialien ist die Annahme eines homogenen Materials hier jedoch gerechtfertigt.

In der Simulation werden die Werte aus den Datenblättern der Hersteller verwendet. Existieren keine Herstellerangaben, wie für die spezielle Klebebeschichtung der Deckelfolie, wird auf Literaturwerte zurückgegriffen. Herstellerangaben und Literaturwerte werden durch Stichproben bei der Herstellung bestimmt. Für die Permittivität gilt darüber hinaus, dass sie abhängig von der verwendeten Frequenz ist. In der Literatur findet man Werte für $50 Hz$ und $1 MHz$. Für das Kartuschenmaterial folgt bei $50 Hz$ eine Permittivität von 3,7, bei $1 MHz$ nur noch von 2,8⁷⁶. Die Materialien des Sensors und auch das Wasser verhalten sich ähnlich. Für die Simulationen wurde jeweils der Wert bei $1 MHz$ angesetzt. Da in den Messungen $400 kHz$ verwendet werden, ergeben sich hierdurch bereits Abweichungen von einigen fF .

Abweichungen in der Geometrie sind eine weitere Ursache für Unterschiede in der Höhe der Leerkapazität zwischen Simulation und Messung. Ein Geometrieparameter der nicht genau in der Simulation dargestellt werden kann ist die Dicke der einzelnen Schichten. Die Deckelfolie besitzt eine spezielle Beschichtung, die durch Andrücken die Folie an den Kartuschenkörper klebt. Dadurch nimmt die Dicke der Folie ab. Vom Hersteller wird nur die Ausgangsdicke angegeben, diese wird auch in der Simulation verwendet. Der Kanal ist daher in der Simulation weiter von dem Sensor entfernt als im

Experiment. Das führt zu einer Abnahme der Kapazität. Auf Seiten des Sensors gibt es Schwankungen bei der Dicke der Stopplackschicht und der Elektroden. In den Simulationen wurden die unteren Werte der Herstellerangaben verwendet, dadurch wird die Kapazität herabgesetzt.

Einen weiteren Geometrieparameter stellen die Abmessungen und Struktur der Elektroden dar. Zu den relevanten Größen zählen die Elektrodenbreite, der Elektrodenabstand und der Abstand zwischen den Elektroden und der umrahmenden Schirmung. Für die Simulation werden die an den Hersteller übermittelten Vorgaben verwendet (Kapitel 5.1.2). Die Elektrodenflächen werden aus der Platine geätzt. Dabei können die Vorgaben nicht exakt eingehalten werden. Vergleicht man die einzelnen Sensoren, zeigen sich besonders bei der zweiten Sensorgeneration große Abweichungen von 10% bis 40%. Ein größerer Abstand der Elektroden führt zu einer kleineren Kapazität, analog zum klassischen Plattenkondensator. Dies stellt auch die hauptsächliche Ursache der unterschiedlichen Leerkapazitäten der Sensoren erster und zweiter Generation dar. In Abbildung 7.2 aus Kapitel 7.1.1 ist die Abhängigkeit der Leerkapazität von dem Elektrodenabstand dargestellt. Bei der Elektrodenbreite und dem Abstand zur Schirmung fallen die relativen Abweichungen geringer aus. Die Elektrodenbreite ist in der Simulation nur um 3% größer. Eine schmalere Elektrode erzeugt durch die kleinere Fläche eine kleinere Kapazität. Der Einfluss dieser Abweichung fällt gering aus, durch die geringe Abweichung der Elektrodenbreite.

Den hauptsächlichen Unterschied stellt die rückseitige Schirmfläche dar. Der komplexe Aufbau dieser Fläche mit den Kontaktierungspads und Isolierabständen wurde in der Simulation nicht nachgebildet. Dadurch steht in der Simulation mehr Schirmfläche zur Verfügung, auf die Feld von der Sende Elektrode einkoppeln kann. Bei dem realen Sensor koppelt dieser Feldanteil in die Empfängerelektrode und führt zu einem höheren Signal. Die simulierte Kapazität fällt dadurch kleiner aus, als die gemessene. Durch diese Vereinfachung der Geometrie wird die Fläche der rückseitigen Schirmung um gut 1/4 vergrößert. Daher kann davon ausgegangen werden, dass dies hauptsächlich für den Unterschied von C_{leer} zwischen Simulation und Messung verantwortlich ist.

Anstieg der Kapazität durch die Flüssigkeit

Der Vergleich von Simulation und Messung zeigt auch einen Unterschied in der maximalen Kapazität. Das Minimum beider Kurven hingegen liegt um den annähernd gleichen Betrag unter der jeweiligen Leerkapazität. Ausgehend von dem Minimum steigt die Kapazität in der Simulation ungefähr doppelt so hoch an wie in der Messung. Diesem Verhalten angepasst, sinkt die berechnete Kapazität auch um einen Wert auf die Vollkapazität, der etwa dem Doppelten des gemessenen Wertes entspricht. In Anwesenheit des Wassers zeigt sich also ein größerer Unterschied zwischen der simulierten und der gemessenen Kapazität. Ursachen für diesen Unterschied können zum einen in Eigenschaften des Wassers liegen, die die gemessene Kapazität senken. Daneben unterscheidet sich das Modell auch in der Oberflächenbeschaffenheit der Materialien vom realen Sensor. Das hat Auswirkungen auf den Kontakt zwischen Sensor und Kartusche.

Eigenschaften des Wassers

Durch die Autoprotolyse liegen auch in entionisiertem Wasser Ionen vor. Zudem haben die Hydroxid- und Hydronium-Ionen im Wasser eine um ein Vielfaches höhere Mobilität als andere Ionen. Dies kommt durch die als Grotthuß Mechanismus⁷⁷ bezeichnete Protonenwanderung zwischen den Wassermolekülen zustande⁷⁸

$$H^+ = 36,3 \cdot 10^{-8} \frac{m^2}{s \cdot V} , \quad (6.5)$$

$$OH^- = 20,5 \cdot 10^{-8} \frac{m^2}{s \cdot V} . \quad (6.6)$$

Das führt dazu, dass die für die Messungen verwendete Flüssigkeit eine relativ hohe Leitfähigkeit von $0,7 \frac{\mu S}{cm}$ hat. Die Simulation berücksichtigt die Leitfähigkeit homogen über das gesamte Volumen der Wassersäule im Kanal. Nicht berücksichtigt werden frei beweglichen Ladungsträger und Ladungsgradienten im Wasser, die entstehen können.

Tritt eine Flüssigkeit, wie z.B. Wasser, in Kontakt mit einer Oberfläche sammeln sich an der Grenzfläche Ladungsträger gleicher Polarität an. Es entsteht eine Oberflächenladung, die als Doppelschicht bezeichnet wird⁷⁹. Das Kartuschenmaterial PMMA bildet ein negatives Zeta-Potential ζ_0 aus. Die Angaben zur Größe des Zeta-Potentials zeigen eine breite Streuung in den verschiedenen Veröffentlichungen^{80,81}. Es werden Potentiale zwischen $-20mV \dots -55mV$ angegeben⁸². Eine weitere Doppelschicht bildet sich an der Wasser/Luft Grenzfläche aus. Die Mehrzahl an Experimenten zeigt auch hier eine negative Oberflächenladung und ein Zeta Potential ζ_0 von $-65mV$ ⁸³.

Die Doppelschicht bildet sich bereits bevor die Flüssigkeit in den Messbereich des MPS gelangt, durch den Kontakt zum Kanal. Sie bewegt sich mit der Flüssigkeit und gelangt dadurch in den Messbereich. Die für die Messung verwendete Frequenz von $400kHz$ ist zu groß um trotz der hohen Beweglichkeit die initiale Doppelschicht signifikant zu beeinflussen. Die Ionen können sich in einer Spannungshalbperiode zwischen $0,001 \frac{\text{\AA}}{\mu s}$ für die negativen Hydroxidionen und $0,002 \frac{\text{\AA}}{\mu s}$ für die positiv geladenen Wasserstoffionen bewegen, also einen Bruchteil eines Atomradius. Daher kann die Doppelschicht als konstanter, serieller Kondensator betrachtet werden. Die Kapazität der elektrischen Doppelschicht wird durch das Gouy-Chapman Modell beschrieben⁸⁴. Dabei wird das Oberflächenpotential an der Grenzfläche durch die Poisson-Boltzmann Gleichung bestimmt

$$\sigma_0 = \frac{2kT\epsilon_0\epsilon_r}{z_i e \lambda} \sinh\left(\frac{z_i e \zeta_0}{2kT}\right) , \quad (6.7)$$

mit ζ_0 : Zeta-Potential, λ : Debye-Länge

ϵ_0 : Permittivität des Vakuums, ϵ_r : Permittivität der Flüssigkeit

k : Boltzmannkonstante, T : Temperatur

z_i : Valenzladung der Ionen, e : Elementarladung

Die Debye-Länge beschreibt die Dicke der Doppelschicht und ist spezifisch für die jeweilige Flüssigkeit. Für entionisiertes Wasser beträgt die Debye-Länge 960 nm^{85} . Die Kapazität berechnet sich aus

$$C = \frac{\partial \sigma_0}{\partial \zeta_0} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{\lambda} \cosh\left(\frac{z_i e \zeta_0}{2kT}\right) . \quad (6.8)$$

Damit ergibt sich eine Kapazität von knapp 7 nF . Bei einem System hintereinander geschalteter Kondensatoren bestimmt der kleinste Kondensator die gemessene Kapazität. Die berechnete Kapazität der Doppelschicht ist um einige Größenordnungen größer als die Kapazität des MPS. Daher hat die Doppelschicht keinen Einfluss auf die gemessene Kapazität in Gegenwart der Flüssigkeit. Sie kann in der Simulation vernachlässigt werden, da sie keinen signifikanten Beitrag zum Signalanstieg liefert.

Kontaktierung zwischen Sensor und Kartusche

In der Simulation wird der Sensor aus einfachen geometrischen Objekten aufgebaut. Dadurch werden einige idealisierte Annahmen getroffen, die dazu dienen die Rechenzeit zu minimieren und eine stabile Konvergenz der Lösung zu gewähren. Zu diesen Idealisierungen zählen z.B. rechtwinklige Kanten und glatte Oberflächen. Bei dem realen MPS sind die Ecken und Kanten der Elektroden durch die Art der Herstellung abgerundet. Die Elektroden werden zudem zum Schutz der Oberfläche mit einem weiteren Metall beschichtet. Daher kann nicht davon ausgegangen werden, dass die Oberflächen exakt eben sind. Die verschiedenen Oberflächen weisen auch eine unterschiedliche Rauigkeit auf. Alle diese Eigenschaften sorgen dafür, dass der Kontakt zwischen dem Sensor und der mikrofluidischen Kartusche nicht ideal ist. Es existieren sehr kleine Luftspalte zwischen Sensor und Kartusche. Durch ungenaues Montieren des Sensors, z.B. mit leichter Kippung oder zusätzlichem Abstand kommen weitere Luftspalte zustande. Die Spalten zeichnen sich dadurch aus, dass sie die sehr geringe Permittivität von $\epsilon = 1$ besitzen und umgeben sind von Materialien höherer Permittivität. Wie in Kapitel 4.3.3 behandelt, steigt in solchen kleinen Hohlräumen mit niedriger Permittivität die Feldstärke stark an. Es kommt zu einer Feldverdrängung in den Bereich mit der niedrigeren Permittivität und die Feldstärke in der Flüssigkeit nimmt ab. Die Teilkapazität der Flüssigkeit sinkt und der gemessene Kapazitätsanstieg über die seriellen Kapazitäten fällt kleiner aus.

In der Simulation existieren diese störenden Einflüsse nicht, da alle Oberflächen als perfekt eben angenommen werden. Auch stehen Sensor und Kartusche an den Berührungsflächen vollständig in Kontakt. Das Feld kann ideal von der Sendeelektrode durch die Flüssigkeit in die Empfängerelektrode einkoppeln, es kommt zu keinen lokalen Feldverdrängungen entlang der Elektrodenoberflächen.

Die betrachteten Idealisierungen der Geometrie führen zu einer höheren Kapazität, wie sie auch in Abbildung 6.13 zu sehen sind. Die Simulation beschreibt durch die ideale Kontaktierung den bestmögliche Kapazitätshub der für den MPS erreicht werden kann.

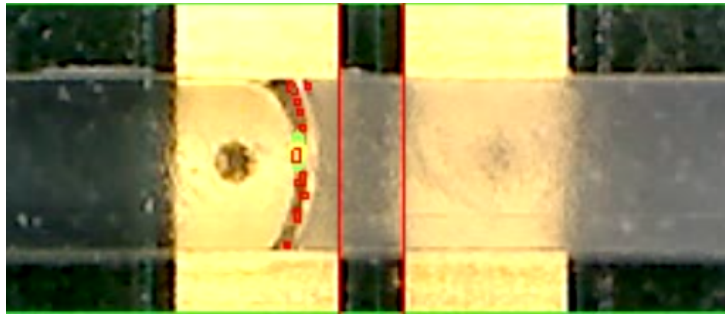


Abbildung 6.16.: Abgebildet ist eine Momentaufnahme der Flüssigkeit im mikrofluidischen Kanal über den Messelektroden. Die Momentaufnahme der bewegten Flüssigkeit im mikrofluidischen Kanal zeigt eine gekrümmte Phasengrenze. Die Stärke der Krümmung verändert sich statistisch im Transport durch die Oberflächenrauheit des gefrästen Kanals.

6.2.3 Ursachen für Unterschiede im Positionsverhalten

Die Simulation bildet, neben dem qualitativen Kapazitätsverlauf, auch das Positionsverhalten der Extrema ab. Während das Maximum sowohl in der Simulation, als auch in der Messung am gleichen Ort auftritt, zeigt sich bei dem Minimum ein Unterschied. Das Minimum tritt auf, wenn sich die Phasengrenze noch vor der Sensormitte befindet. In der Simulation fällt dies mit der inneren Kante der ersten Elektrode zusammen, was genau dem halben Elektrodenabstand entspricht. In der Messung tritt das Minimum bei einem Drittel des Elektrodenabstands auf. Für dieses Verhalten lassen sich zwei mögliche Ursachen finden. Für die Position der Extrema ist der Winkel des gebrochenen Feldes an der Phasengrenze relevant. Dieser wird sowohl von der Flüssigkeit, als auch von Material und Abstand der mikrofluidischen Kartusche beeinflusst.

Wie bereits in Abschnitt 6.2.2 beschrieben, werden die Materialien von Sensor und Kartusche in der Simulation vereinfacht dargestellt. Wären die in der Simulation getroffenen Annahmen zu den Materialien der Kartusche ursächlich für den Unterschied zwischen Simulation und Messung, sollte auch beim Maximum eine Abweichung der Position ähnlicher Größe existieren. Dies ist nicht der Fall, nur das Minimum zeigt in der Simulation eine Abweichung zur gemessenen Position.

Eine weitere mögliche Ursache liegt in der Art der Modellierung der Phasengrenze. Im Modell wird die Phasengrenze durch die Berührungsfläche zweier Quader gebildet und ist dadurch eine vollständig ebene Fläche. Einem Quader sind die Eigenschaften von Wasser, dem anderen von Luft zugeordnet. Die Abbildung 6.16 zeigt, dass die reale Phasengrenze bei der Messung gekrümmt ist. Die Krümmung entsteht durch die Oberflächenspannung der Flüssigkeit und die Oberflächenrauheit der Wand, wie in Kapitel 5.2.2 und 5.2.4 bereits erwähnt. Tatsächlich verändert sich die Form der Phasengrenze während die Flüssigkeit sich bewegt und ist unterschiedlich stark gekrümmt. In Folge dessen treffen die Feldlinien in einem anderen Winkel auf die Phasengrenze auf, als in der Simulation. Ein anderer Feldverlauf im Wasser kann die Position der Extrema verändern. Im Vergleich von Messung und Simulation zeigt sich jedoch nur in der Position des Minimums eine Differenz. Auch die Krümmung der Phasengrenze kann daher nicht vollständig ursächlich für die Abweichung der Position des Minimums sein. Die Krümmung

der Phasengrenze spiegelt sich in den Messungen in der Unschärfe der Positionswerte wieder, wie in Kapitel A.2 gezeigt wird.

In Kapitel 7.3.2 wird der Einfluss von Luftspalten zwischen dem Sensor und der Kartusche untersucht. Es wird gezeigt, dass sich vor allem die Position des Minimums dadurch beeinflussen lässt. Wird der Sensor während der Messung an den Kanal gedrückt, verschiebt sich das Minimum in Richtung der in der Simulation berechneten Position an der inneren Kante der ersten Elektrode. Die Sensorelektroden werden durch diese Montageart in die Deckelfolie gedrückt und es entsteht kein Luftspalt um die Elektroden. Der Kontakt zwischen Sensor und Kartusche ist damit als ideal zu betrachten, genau wie er in der Simulation modelliert wird.

Die Simulation bildet also das Verhalten der Extrema idealisiert ab. Diese idealen Werte können auch in der Messung realisiert werden. Der Sensor muss dazu an den Kanal gedrückt werden, um einen optimalen Kontakt herzustellen und kleinste Luftspalte zu verhindern.

6.3 Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurde das kapazitive Verhalten des MPS diskutiert. Es wurden dabei Messungen und Simulationen herangezogen, um den Signalverlauf zu erklären.

Das Signal des MPS zeigt zwei charakteristische Extrema, wenn eine Flüssigkeitsfront über den Sensor fließt. Es wurde gezeigt, dass diese Extrema durch Umverteilung des elektrischen Feldes zwischen der Empfängerelektrode und der Schirmelektrode entstehen. Welche dieser beiden Elektroden mehr Feld abgreift, hängt mit der Position der Flüssigkeitsfront zusammen. Dadurch lassen sich den Extrema charakteristische Fluidfrontpositionen im Kanal zuordnen. Der MPS kann, bei den hier vorgestellten experimentellen Bedingungen, die Position der Flüssigkeitsfront auf $\pm 41 \mu\text{m} \pm 3 \mu\text{m}$ genau bestimmen.

Die Abweichung der gemessenen Position der Phasengrenze entspricht der Breite der Phasengrenze in den Experimenten. Wie in Kapitel 5.2.4 veranschaulicht, ändert die Phasengrenze ihre Form während sie durch den Kanal transportiert wird. Die unterschiedlichen beobachteten Krümmungsradien führen dazu, dass die Phasengrenze, im Gegensatz zu der in der Simulation angenommenen geraden Fläche, eine Ausdehnung entlang der Flussrichtung aufweist. Die mittlere Ausdehnung der Phasengrenze ist dabei in etwa so groß, wie die optische Unsicherheit der Positionsbestimmung der Phasengrenze (Kapitel A.2). Da der Sensor die Kapazität über den gesamten Messbereich mittelt, ist die exakte Form der Phasengrenze für die Positionsbestimmung unerheblich, solange die Phasengrenze vollständig in den Messbereich fällt, wie es bei den Messungen in dieser Arbeit der Fall ist. Die volumenmäßig geringen Benetzungsrückstände durch Tröpfchen an der Kanalwand oder dünnen Flüssigkeitssäulen in den Kanalecken sind im Signal des MPS nicht sichtbar, da die Permittivitätsänderung unterhalb der Auflösungsgrenze der Sensorelektronik liegt.

Neben der einfachen Positionsmessung der Phasengrenze, liefert das Signal eines MPS, ohne weitere Bearbeitungsschritte wie Ableiten, zwei zeitlich getrennte Ortsinformationen der Flüssigkeitsfront. Dadurch kann mit dem MPS auch die Transportgeschwindigkeit der Flüssigkeitsfront berechnet werden.

Der Vergleich des gemessenen Signalverlaufs mit Simulationen zeigt eine gute qualitative Übereinstimmung. Quantitative Unterschiede lassen sich nicht vermeiden, da in der Simulation die Realität nur vereinfacht abgebildet werden kann. So liegt die simulierte Leerkapazität $35 fF$ unter der Gemessenen. Verantwortlich dafür ist die Idealisierung der rückseitigen Schirmelektrode in der Simulation. Diese fällt um etwa $1/4$ größer aus als real, da alle Kontaktflächen für die Anschlüsse weggelassen wurden und eine durchgängige Schirmelektrode simuliert wurde. Die größere Schirmfläche zieht in der Simulation mehr Feld ab, das beim realen MPS in die Empfängerelektrode koppelt. Dadurch wird eine um 20% kleinere Leerkapazität berechnet.

Auch der in der Simulation stärker ausfallende Kapazitätshub durch das Wasser ließ sich auf idealisierte Annahmen in der Simulation zurückführen. So führen Oberflächenrauigkeiten und minimale Abstände zwischen Sensor und Kartusche zu lokalen Feldverdrängungen. Dadurch koppelt das Feld des realen MPS schwächer in die Empfängerelektrode ein, als in der Simulation mit idealem Kontakt zwischen Sensor und Kartusche. Die Luftspalte wurden auch als Ursache der Abweichung in der Ortsbestim-

mung der Flüssigkeitsfront beim Signalminimum zwischen Simulation und Messung identifiziert.

Der Einfluss der Ausrichtung des MPS, und damit des Kontakts von Elektroden und Kartusche, auf den Signalverlauf und die Ortsbestimmung wird im folgenden Kapitel noch tiefergehend betrachtet.

7 Einflussfaktoren auf die Signalform des Moving Plug Sensors

Eine Vielzahl von Parametern nimmt direkten Einfluss auf den Verlauf der Signalform. Geometrie und Anordnung der Messelektroden bestimmen maßgeblich den quantitativen Verlauf des Messsignals. Die elektrischen Materialeigenschaften der Flüssigkeit sind ein weiterer Parameter, der auf die Signalform wirkt. Darüber hinaus ist die Positionierung bei der Montage des MPS unter der mikrofluidischen Kartusche zu beachten. Besonders wichtig für den Einsatz des MPS in Analysegeräten ist auch die Stabilität des Signals bezüglich Veränderungen der Ausrichtung des Sensors zur Kartusche. Die Kartusche wird nach jeder Analyse durch eine Neue ersetzt und damit neu ausgerichtet.

Begleitend zu Experimenten mit verschiedenen Parametern für Sensor und Flüssigkeit werden auch Simulationen durchgeführt. Primärer Zweck der Simulationen ist ein tieferes Verständnis für das Zustandekommen der speziellen Signalform durch Betrachtungen, die experimentell nicht zugänglich sind. Dadurch können weitere relevante Parameter für den Aufbau und die Montage des Sensors gewonnen werden.

Die Ergebnisse der Arbeit gliedern sich in drei Abschnitte, denen jeweils direkt eine Diskussion der Ergebnisse folgt.

- Zunächst werden Ergebnisse aus Experimenten und Simulationen vorgestellt, die die Abhängigkeit der Signalform von der Elektrodengeometrie beschreiben.
- Im zweiten Abschnitt wird der Einfluss von Flüssigkeiten mit unterschiedlichen elektrischen Eigenschaften, Permittivität und Leitfähigkeit, behandelt.
- Der dritte Teil beschäftigt sich mit den maßgeblichen Toleranzen in der Positionierung des Sensors zum Kanal. Auch hier werden zunächst die Ergebnisse präsentiert und anschließend diskutiert.

7.1 Einfluss der Sensorgeometrie

Die Kapazität eines Kondensators hängt von der Geometrie der Elektroden ab. Für einen Plattenkondensator sind dies der Plattenabstand und die Plattenfläche. Bei dem koplaren MPS wird daher in Analogie zum einen der Abstand der Elektroden zueinander untersucht. Zum anderen wird auch der Abstand der Schirmung zu den Elektroden untersucht. Des Weiteren werden Geometrien mit mehr als zwei Messelektroden vorgestellt. Für die Analyse des Einflusses des Schirmabstands wird auf Simulationen zurückgegriffen. Diese liefern ausreichend Information über die Abhängigkeit und zeigen, dass der für die MPS gewählte Schirmabstand bereits optimal gewählt wurde. Daher wurde darauf verzichtet hier entsprechende Sensorgeometrien für Messungen herzustellen.

7.1.1 Abstand und Breite der Elektroden

Messungen

Die Kapazität eines Kondensators hängt vom Abstand der Elektroden ab. Bei dem MPS beeinflusst der Abstand darüber hinaus auch die Signalform.

In Abbildung 7.1 sind fünf Kapazitätsverläufe gegen die Position der Wasserfront aufgetragen. Der Nullpunkt der Ortsachse beschreibt die Mitte des Sensors. Die Kurven wurden an Sensoren der ersten Generation mit unterschiedlichem Elektrodenabstand aufgenommen. Die Abstände betragen $187\ \mu\text{m}$, $336\ \mu\text{m}$, $644\ \mu\text{m}$, $1241\ \mu\text{m}$ und $2439\ \mu\text{m}$ bei einer Elektrodenbreite von $1\ \text{mm}$. Als Flüssigkeit wurde entionisiertes Wasser verwendet und der Sensor bei einer Messfrequenz von $400\ \text{kHz}$ und einer Spannung von $32\ \text{V(rms)}$ betrieben.

Abgebildet sind die Differenzen aus der gemessenen Kapazität und der jeweiligen Leerkapazität C_{leer} . Dadurch lassen sich die Veränderungen in der Signalform durch den Elektrodenabstand direkt miteinander vergleichen. Mit steigendem Elektrodenabstand nimmt die Tiefe des Minimums ab. Die Position der minimalen Kapazität verschiebt sich dabei entgegen der Flussrichtung und entfernt sich von der Sensormitte. Das Signal des MPS mit größtem Elektrodenabstand zeigt kein lokales Minimum, das eindeutig ausgewertet werden kann.

Ausgehend von dem Minimum steigt die Kapazität bei allen Kurven auf ein ausgeprägtes Maximum an. Dabei fällt der Anstieg von der Leerkapazität auf das Maximum größer aus, je weiter die Elektroden auseinander liegen. Auch fällt der Unterschied zwischen maximaler Kapazität und Vollkapazität geringer aus für größere Elektrodenabstände. Dadurch steigt der relative Anstieg zwischen den Gleichgewichtskapazitäten C_{leer} und C_{voll} . Die Positionen der Maxima verschieben sich entlang der Flussrichtung zu größeren Werten. Die von der Phasengrenze zurückgelegte Strecke zwischen den Extrema vergrößert sich mit steigendem Elektrodenabstand.

Der Wert der Leerkapazität ist im Graphen (Abb. 7.2) antiproportional gegen den Elektrodenabstand G aufgetragen. Für den kleinsten Abstand wird eine Anfangskapazität von $230\ fF$ erreicht. Für den Sensor mit dem größten Elektrodenabstand liegt diese nur noch bei $115\ fF$.

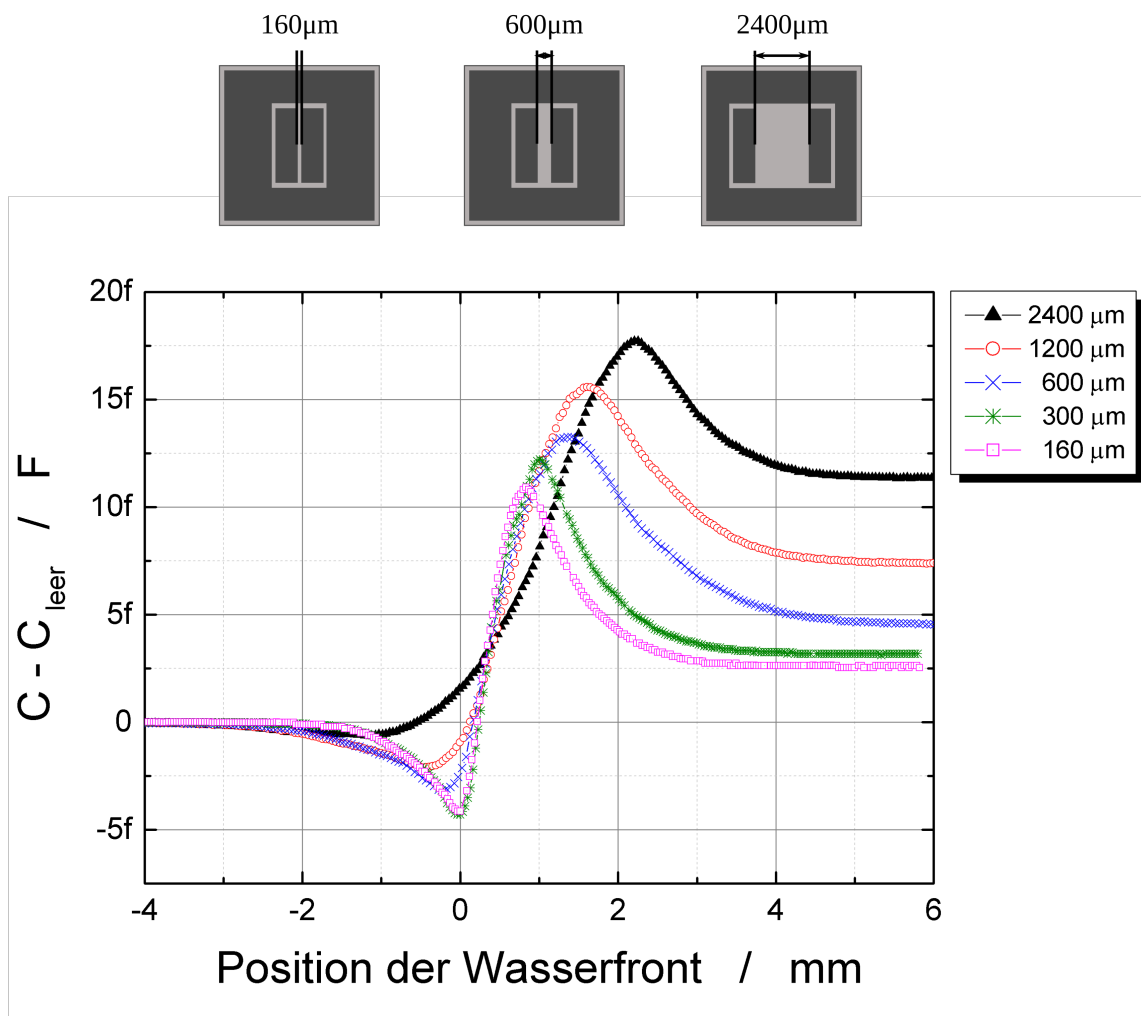


Abbildung 7.1.: Dargestellt sind Kapazitätsverläufe des MPS unter Variation des Elektrodenabstandes. Die Messkurven sind als Differenz aus Kapazität und Leerkapazität gegen die Position der Phasengrenze aufgetragen. Die verwendeten Sensoren haben Abstände von 0,16 mm bis 2,4 mm. Als Skizzen sind drei maßstabsgetreue Elektrodengeometrien mit unterschiedlichem Elektrodenabstand über dem Graphen abgebildet. Mit wachsendem Abstand der Elektroden wächst kontinuierlich der Abstand der Maxima von der Sensormitte. Auch der Signalhub nimmt mit zunehmendem Elektrodenabstand zu.

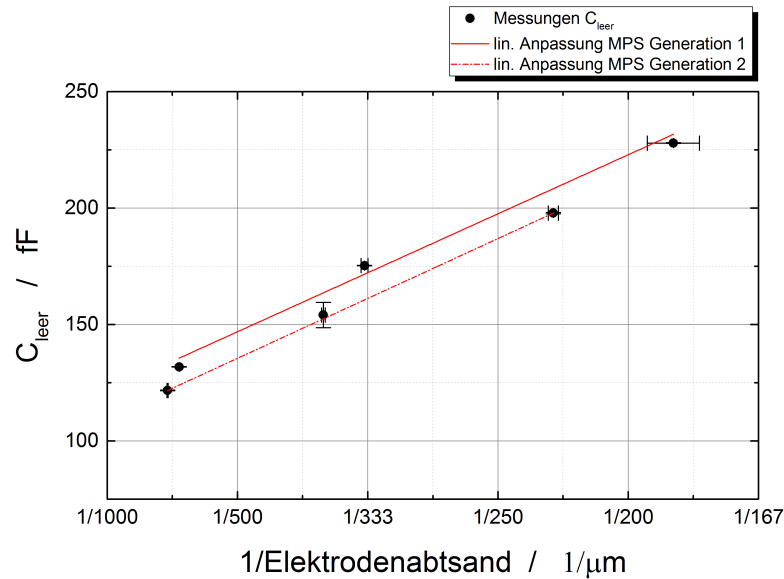


Abbildung 7.2.: Darstellung des Verhaltens der Leerkapazität bei Veränderung des Abstand der Elektroden. Aufgetragen ist die Leerkapazität gegen den inversen Elektrodenabstand $1/G$. Die lineare Anpassungsgerade zeigt, dass die Leerkapazität im Rahmen der Messungenauigkeit linear mit abnehmenden Elektrodenabstand ansteigt.

Der Verlauf der Anpassungsgeraden zeigt, dass die Messwerte der Leerkapazität einem linearen Verlauf folgen. Die Leerkapazität verhält sich proportional zu $\frac{1}{G}$, wie es auch für klassische Plattenkondensatoren der Fall ist.

Neben dem Abstand der Elektroden, kann auch deren Breite verändert werden. Abbildung 7.3 zeigt drei Messungen an einem MPS mit Elektroden einer Breite von $0,5\text{ mm}$. Der Elektrodenabstand beträgt für Abbildung 7.3 a) 644 mm , für b) 1241 mm und für c) 1439 mm . Für den kleinsten gezeigten Elektrodenabstand zeigt sich eine Umkehrung der Kapazitätshöhe zwischen der Leer- und Vollkapazität. Die Vollkapazität liegt in diesem Fall niedriger als die Leerkapazität. Für größere Elektrodenabstände steigt die Vollkapazität wieder über die Leerkapazität.

Diskussion

Der Abstand der Elektroden hat einen Einfluss auf die Höhe der Kapazität. Je weiter die Elektroden auseinander liegen, desto kleiner wird die Leerkapazität C_{leer} , wie es auch beim klassischen Plattenkondensator zu beobachten ist. Für die statische Betrachtung der Leerkapazität ist die Schirmelektrode nicht relevant, da sie nur einen konstanten Faktor zur Leerkapazität beiträgt. Für einen einfachen koplanaren Kondensator aus zwei Elektroden findet sich eine Abbildung über die Schwarz-Christoffel Transformation auf einen Plattenkondensator. Für diesen ist bei konstanter Spannung die Beziehung zwischen Kapazität und Plattenabstand bekannt. Mit zunehmendem Abstand sinkt die Feldstärke zwischen den Platten und die Ladungsmenge geht zurück. Damit sinkt auch die gemessene Kapazität. Der MPS verhält sich also bzgl. des Elektrodenabstandes wie ein klassischer Plattenkondensator.

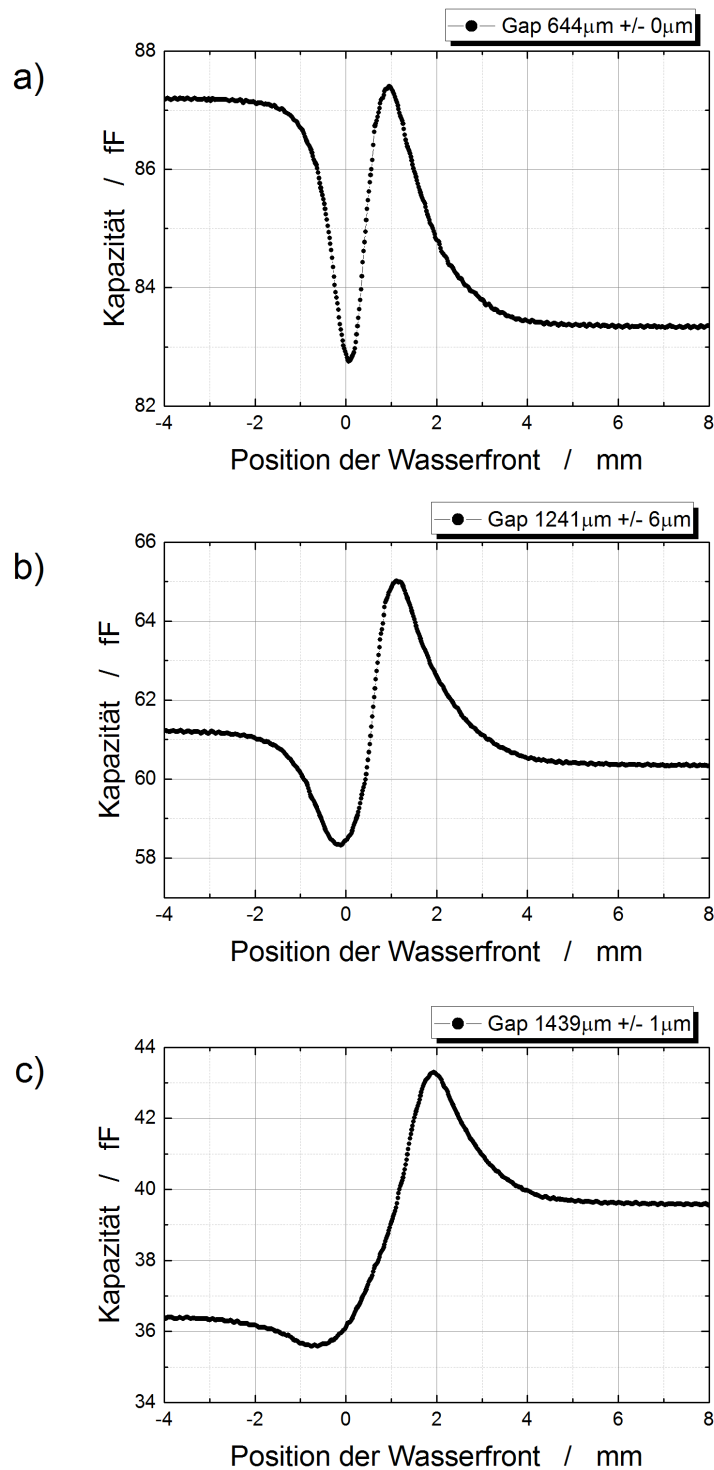


Abbildung 7.3.: Abgebildet sind Signalverläufe für drei MPS mit einer Elektrodenbreite von 0,5 mm und unterschiedlichem Elektrodenabstand. a) Der Abstand der Elektroden beträgt 644 μm . b) Der Abstand der Elektroden beträgt 1241 μm . c) Der Abstand der Elektroden beträgt 2439 μm . Für kleine Elektrodenabstände liegt die Kapazität bei vollständig gefülltem Kanal unter der Leerkapazität.

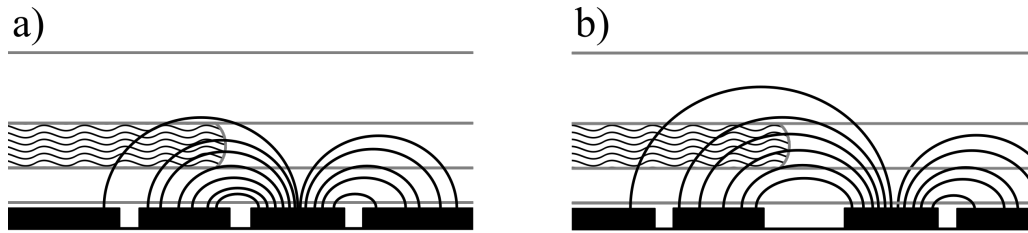


Abbildung 7.4.: Die Skizze zeigt den Feldverlauf für zwei Sensoren mit unterschiedlichem Elektrodenabstand. a) für einen kleinen Elektrodenabstand verläuft das Feld vermehrt durch die Deckelfolie. b) für weit auseinander stehende Elektroden verläuft das Feld überwiegend durch die Flüssigkeit.

Der Anstieg der Kapazität von der Leerkapazität auf die maximale Kapazität steigt mit zunehmendem Elektrodenabstand. Das Feld breitet sich in einer als elliptisch zu betrachtenden Bahn von der Sende- zur Empfängerelektrode aus. Der Abstand der Elektroden bestimmt dabei die Ausdehnung des Feldes. Liegen die Elektroden weiter auseinander, vergrößert sich die Ausdehnung. Dadurch verläuft mehr Feld durch die Flüssigkeit bevor es in die Empfängerelektrode einkoppelt (7.4b). Der Einfluss der Permittivität auf das Signalverhalten wird größer und der relative Anstieg der Kapazität auf das Maximum steigt. Für sehr kleine Abstände der Elektroden verläuft das Feld fast ausschließlich durch die Deckelfolie und nur ein geringer Teil koppelt über die Flüssigkeit ein (7.4a). Als Folge nimmt der Unterschied zwischen der Leerkapazität und der Vollkapazität ab.

Die Skizze 7.4 erklärt auch die Inversion der Gleichgewichtskapazitäten für einen MPS mit schmalen Elektroden. Je näher die Elektroden beisammen stehen, desto mehr Feld, das durch die Flüssigkeit verläuft, koppelt über die schmale Empfängerelektrode hinweg in die Schirmung ein. Die Gegenwart der Flüssigkeit im Kanal verstärkt dieses Überkoppel. Dadurch liegt die Vollkapazität unter der Leerkapazität. Liegen die Elektroden weiter auseinander, kann wie in Abbildung 7.4b) dieser Feldanteil wieder in die Empfängerelektrode einkoppeln.

Aus dieser Betrachtung folgt, dass der MPS über den Abstand und die Breite der Elektroden auf verschiedene Dicken der verwendeten Deckelfolien eingestellt werden kann. Optimal ist es, wenn das Feld hauptsächlich durch die Flüssigkeit verläuft und eine hohe Sensitivität des Sensors gegenüber der Flüssigkeit vorliegt. Für dickere Deckelfolien müssen daher größere Elektrodenabstände gewählt werden. Für die in dieser Arbeit hauptsächlich verwendete Deckelfolie mit $100\text{ }\mu\text{m}$ Dicke, zeigt sich der MPS mit $300\text{ }\mu\text{m}$ bis $600\text{ }\mu\text{m}$ Elektrodenabstand als optimal.

In Abbildung 7.5 sind die Ableitungen der Signale aus Abbildung 7.1 abgebildet. Die Kurven sind gegen die Position aufgetragen. In dieser Darstellung zeigt sich deutlich, dass die Strecke zwischen den Extrema, bzw. hier den Nulldurchgängen, mit steigendem Elektrodenabstand zunimmt. Man sieht auch, dass das Minimum des Signals mit dem größten Elektrodenabstand nicht eindeutig auswertbar ist. In der Abbildung zeigt sich kein deutlicher erster Nulldurchgang.

In Abbildung 7.6 sind die Positionen der Extrema gegen den Elektrodenabstand aufgetragen. Der Nullpunkt der Y-Achse entspricht der Mitte zwischen den Elektroden. Zur Bestimmung der Positionswerte wurde jeweils über mehrere Messungen mit einem

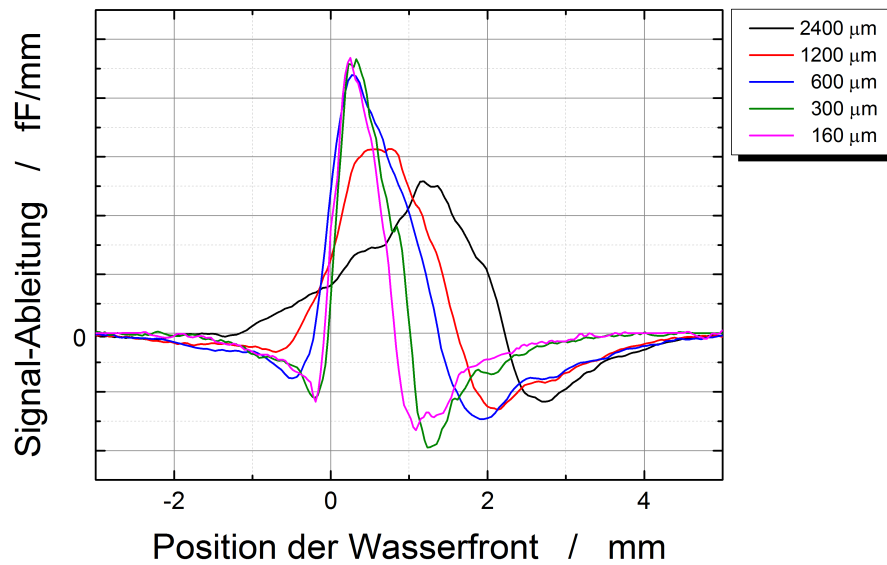


Abbildung 7.5.: Aufgetragen ist das Ableitungssignal für die unterschiedlichen Elektrodenabstände gegen die Position der Phasengrenze. Die Darstellung zeigt deutlich die Drift in der Position der Extrema.

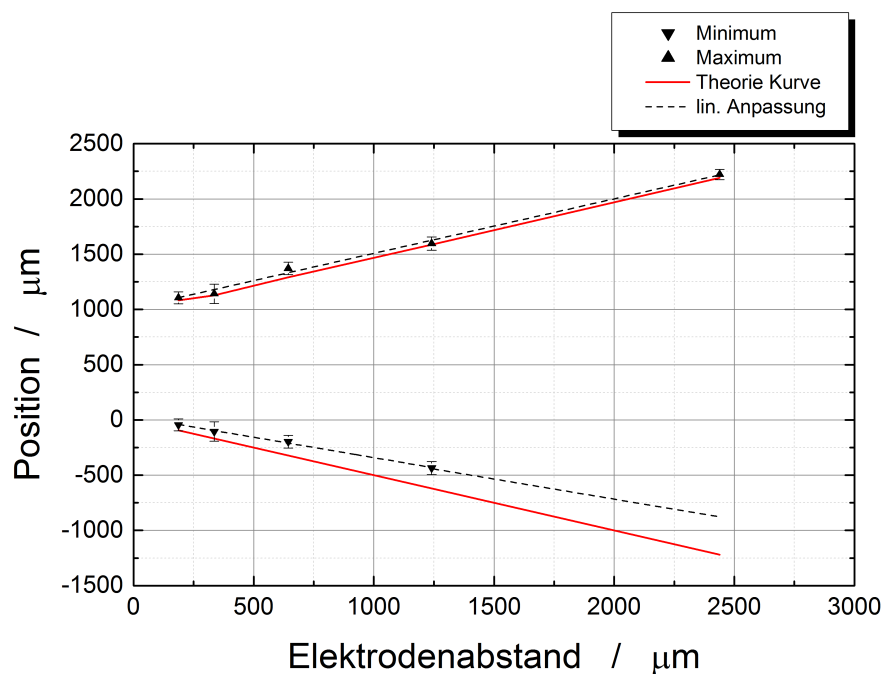


Abbildung 7.6.: Dargestellt sind die Positionen der Extrema gegen den Elektrodenabstand. Die Messpunkte sind mit einer Geraden angepasst (gestrichelt). Als durchgezogene Linie (rot) ist der durch die Simulationen theoretisch erwartete Verlauf den Kanten der Elektroden entsprechend eingezeichnet.

Elektrodenabstand gemittelt. Die dargestellten Werte sind mit einer linearen Ausgleichsgeraden angepasst. Neben den Messpunkten ist auch der aus den Simulationen berechnete Verlauf abgebildet. In der Simulation befindet sich das Minimum einen halben Elektrodenabstand vor der Sensormitte. Das Maximum befindet sich einen halben Elektrodenabstand inklusive der Elektrodenbreite hinter der Sensormitte.

Betrachtet man die Positionen der Maxima, zeigt sich, dass die Messwerte dicht an den simulierten Werten verlaufen. Der Messpunkt des MPS mit $600\,\mu\text{m}$ liegt außerhalb der Fehlertoleranz. Der Sensor mit $600\,\mu\text{m}$ Elektrodenabstand unterscheidet sich allerdings auch durch seinen Schirmabstand von $350\,\mu\text{m}$ von den anderen Sensoren mit einem Schirmabstand von $250\,\mu\text{m}$. Als Vorgabe für den Schirmabstand werden in der Simulation auch $250\,\mu\text{m}$ angenommen. In Kapitel 7.1.2) wird gezeigt, dass der Abstand zwischen Schirmung und Elektroden einen Einfluss auf die Position der Extrema, besonders auf das Maximum hat. Daher weicht die gemessene Position des Maximums bei diesem Sensor deutlich weiter vom simulierten Wert ab, während die anderen Messpunkte im Rahmen des Fehlers auf der simulierten Gerade liegen.

Bei den Positionen der Minima zeigen sich größere Abweichungen zum simulierten Verlauf. Aufgrund der ungenauen Auswertbarkeit ist für den Sensor mit $2400\,\mu\text{m}$ Elektrodenabstand kein Positionswert eingezeichnet. Die Ausgleichsgerade durch die Messpunkte ist jedoch in Verlängerung bis zu diesem Elektrodenabstand eingezeichnet. Man sieht, dass mit steigendem Elektrodenabstand der Versatz der Messwerte zum simulierten Verlauf zunimmt. Aus der Ausgleichsgeraden lässt sich eine Regelmäßigkeit ableiten. Die Position des Minimums p_{min} tritt bei $1/3$ des Elektrodenabstandes G auf.

$$p_{min} = \frac{1}{3} \cdot G \quad (7.1)$$

Dieser Zusammenhang wurde bereits in Kapitel 6.2.3 dargestellt. In Kapitel 7.3.2 wird für den Unterschied zwischen Simulation und Messung der Kontakt zwischen den Sensorelektroden und der mikrofluidischen Kartusche diskutiert. Für einen idealen Kontakt, ohne verbleibenden Luftspalt über den Messelektroden, wird auch experimentell die aus der Simulation erhaltene Position des Minimums erreicht. Um diesen idealen Kontakt herzustellen, wird der Sensor von unten gegen den Kanal gepresst, sodass sich die Elektroden in die weiche Deckelfolie drücken. Kapitel 7.3.2 behandelt den Einfluss des Abstandes zwischen Sensor und Kartusche ausführlich.

Die momentane Fließgeschwindigkeit lässt sich aus der Strecke, die die Phasengrenze zwischen den beiden Extrema zurücklegt, berechnen. Wie in Abbildung 7.6 gezeigt, besteht ein linearer Zusammenhang zwischen den Extremapositionen und dem Elektrodenabstand. Die Positionen der Extrema treten an den gleichen signifikanten Stellen über den Sensorelektroden auf. Die zurückgelegte Strecke Δp berechnet sich aus dem Abstand G der Elektroden und der Breite b einer Elektrode .

$$\Delta p = \frac{1}{3}G + b \quad (7.2)$$

Aus dem so berechneten Abstand der Extrema Δp und der Zeitdifferenz zwischen Minimum und Maximum im gemessenen Signal kann die Fließgeschwindigkeit berechnet werden. Für die Messungen wurde eine Flussrate von $1\,\text{ml/h}$ an der Spritzenpumpe eingestellt. Aus den MPS Signalen lässt sich eine Flussrate von $0,97 \pm 0,17\,\text{ml/h}$ berechnen. Dieser Wert zeigt, im Rahmen des Fehlers, eine gute Übereinstimmung mit der eingestellte Flussrate $1\,\text{ml/h}$.

7.1.2 Abstand der Schirmelektrode und Justage der Position

Simulation

Die als Rahmen um die Messelektroden angeordnete Schirmfläche ist verantwortlich für die charakteristische Signaldynamik. Bereits in Kapitel 7.1.1 wurde darauf hingewiesen, dass der Abstand zwischen Schirmung und Messelektroden einen Einfluss auf die Position der Extrema hat. Im Folgenden werden die Veränderung am Kapazitätsverlauf und der Position der Extrema anhand von Simulationen dargestellt.

In Abbildung 7.7 sind vier simulierte Kapazitätsverläufe gegen die Position der Phasengrenze aufgetragen. Die Daten wurden mit dem *Electric Current Modul* der *Comsol Multiphysics* Software erstellt. Das verwendete Modell des Sensors und der Kartusche ist reduziert auf die Elektrodenflächen und die Flüssigkeit (Kapitel 5.4). Auf weitere Materialien wird zur Minimierung des Rechenaufwands verzichtet. Die zugrundeliegende Geometrie des Sensors hat einen Elektrodenabstand von $300\text{ }\mu\text{m}$. Der Abstand zwischen Schirmung und Elektroden beträgt $250\text{ }\mu\text{m}$, $500\text{ }\mu\text{m}$, $1000\text{ }\mu\text{m}$ und $1500\text{ }\mu\text{m}$. Der kleinste untersuchte Abstand von $250\text{ }\mu\text{m}$ entspricht weitestgehend den Eigenschaften der vorliegenden MPS. Allerdings schwankt der Abstand aufgrund von Fertigungstoleranzen von Sensor zu Sensor, wie in Tabelle 5.1 des Methodenkapitels aufgeführt ist.

Die vier simulierten Signalverläufe zeigen einen geringen Unterschied in der Höhe der Leerkapazität. Mit steigendem Abstand zur Schirmung, steigt die Leerkapazität an. Der Kapazitätsverlust hin zum Minimum nimmt ab. Deutlicher fallen die Unterschiede in Gegenwart der Flüssigkeit aus. Der maximale Kapazitätswert steigt um ca. $8fF$ vom kleinsten zum größten simulierten Schirmabstand an. In Relation dazu fällt der Kapazitätsrückgang vom Maximum zur Vollkapazität auf. Die Kapazität sinkt für alle Schirmabstände in etwa gleich stark ab. Dadurch steigt die Vollkapazität mit zunehmendem Schirmabstand. Der Vergleich der simulierten Signalkurven zeigt auch, dass die Breite des Peaks zunimmt. Ab einem Schirmabstand von $1000\text{ }\mu\text{m}$ zeigt sich ein kurzer linearer Abfall in der Kapazität direkt nach Erreichen des Maximums. Der lineare Bereich geht in den normalen exponentiellen Abfall über.

In Abbildung 7.8 sind die Werte der Voll- und Leerkapazität gegen den Schirmabstand aufgetragen. Betrachtet man den Wert der Leerkapazitäten, so steigt der Wert um knappe $3fF$. Mit zunehmendem Schirmabstand strebt die Kapazität einem konstanten Wert entgegen. Die Vollkapazität lässt erwarten, dass erst für wesentlich größere Abstände als $2500\text{ }\mu\text{m}$ ein konstanter Kapazitätswert erreicht wird. Sie hängt stärker mit dem Schirmabstand zusammen. Zwischen dem kleinsten und größten Schirmabstand steigt die Kapazität um $10fF$.

Das Verhalten der Extremapositionen ist aus Abbildung 7.9 ablesbar. Aufgetragen sind die Ableitungen der simulierten Signalverläufe gegen die Position der Phasengrenze. Die Abbildung zeigt einen Ausschnitt der Ableitungen um die beiden Nulldurchgänge. Die Position des ersten Nulldurchgangs, also des Minimums zeigt wenig Veränderung durch Vergrößerung des Schirmabstands. Bei der Position des Maximums hingegen sieht man eine deutliche Abhängigkeit. Für zunehmende Schirmabstände verschiebt sich das Maximum weg von der Sensormitte in Richtung Schirmelektrode.

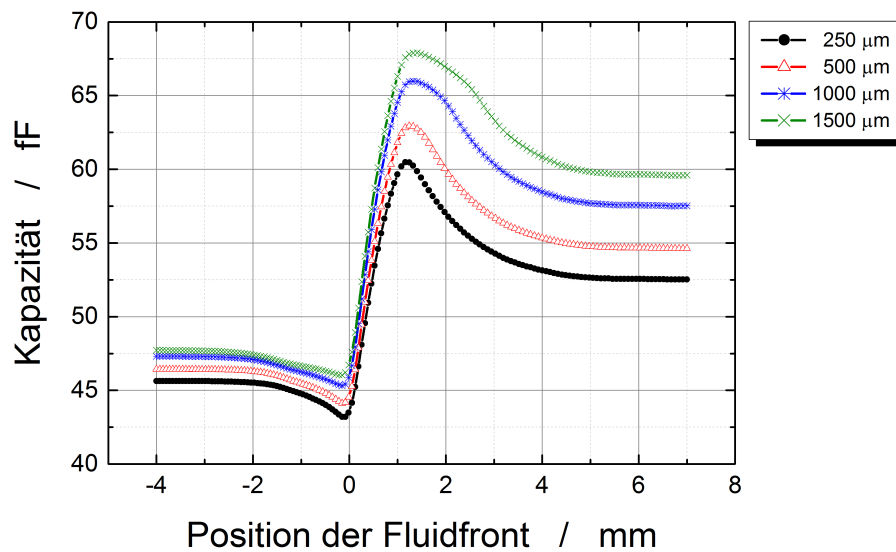


Abbildung 7.7.: Abgebildet sind Kapazitätsverläufe aus Simulationen mit unterschiedlichem Abstand der Schirmfläche zu den Elektroden. Der Abstand steigt von $250\text{ }\mu\text{m}$ bis $1500\text{ }\mu\text{m}$ in vier Schritten. Die Veränderung der Kapazität durch den Schirmabstand ist in Anwesenheit der Flüssigkeit stärker ausgeprägt.

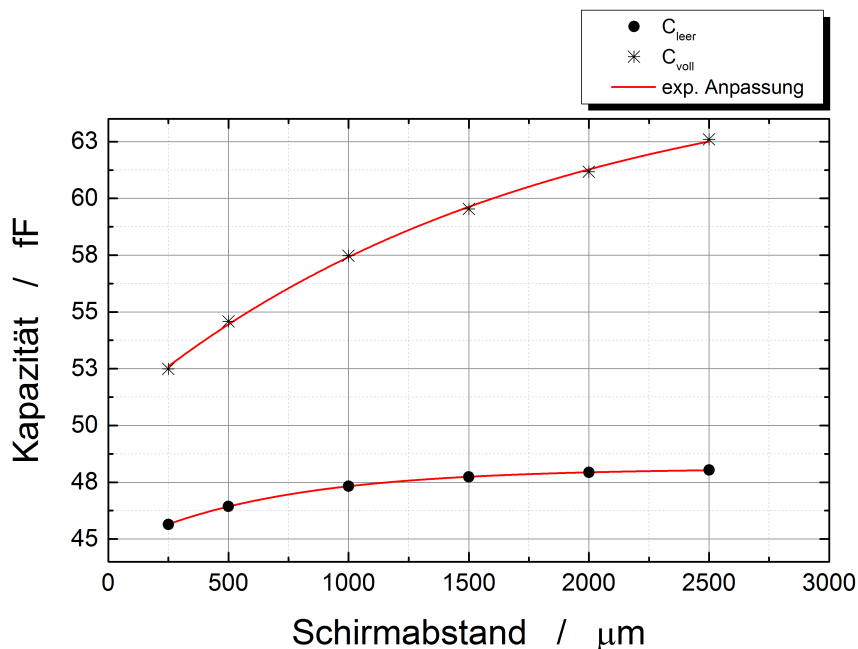


Abbildung 7.8.: Aufgetragen sind die Kapazitäten des leeren und vollständig gefüllten Kanals gegen den Abstand der Elektroden zur Schirmung. Neben einer Verbreiterung des Maximums fällt auf, dass die Kapazität mit zunehmendem Schirmabstand stärker zunimmt als ohne Flüssigkeit.

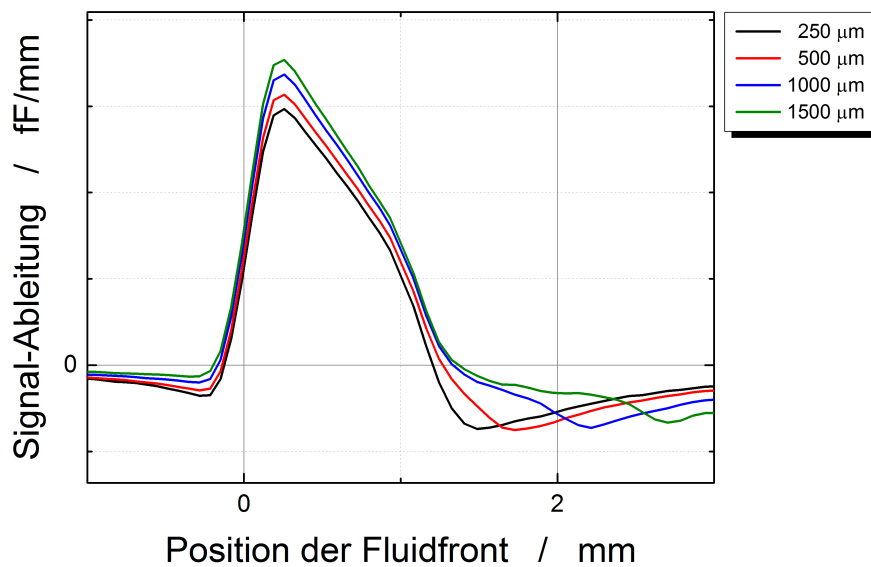


Abbildung 7.9.: Abgebildet ist ein Ausschnitt der differenzierten Signalverläufe für verschiedene Abstände der Umlaufenden Schirmelektrode von $250\,\mu\text{m}$, $500\,\mu\text{m}$, $1000\,\mu\text{m}$ und $1500\,\mu\text{m}$.

Diskussion

Neben dem Elektrodenabstand, hat auch der Abstand zur Schirmfläche einen Einfluss auf den Kapazitätsverlauf. Mit größer werdendem Abstand steigt die Leerkapazität einige fF an. Der MPS stellt ein Kondensatorsystem bestehend aus zwei Kondensatoren dar. Die Sendeelektrode bildet mit der Schirmung den zweiten Kondensator. Wird der Abstand zwischen diesem Kondensator vergrößert, sinkt die Kapazität des Elektroden-Schirm-Kondensators. Dadurch nimmt die Schirmung weniger Feld auf und die Kapazität zwischen den beiden Messelektrode steigt um diesen Anteil. Die maximale Kapazität steigt stärker mit dem Abstand der Schirmung, als die Leerkapazität. Die Flüssigkeit verstärkt diesen Effekt. Zum einen durch den hohen Permittivitätsunterschied der Flüssigkeit zur Luft. Zum anderen verläuft das Feld, durch die Brechung an der Phasengrenze fast ausschließlich durch die Flüssigkeit und koppelt nicht in die in Flussrichtung gelegene Seite der Schirmung ein. Dadurch wird die Einkopplung in die Messelektrode zusätzlich begünstigt und die Kapazität steigt stärker an.

In Abbildung 7.10 sind die Positionen der Extrema gegen den Abstand der Schirmung zu den Elektroden aufgetragen. Die Datenpunkte werden aus den simulierten Kapazitätsverläufen durch Bildung der Ableitung und Bestimmung des Nulldurchgangs gewonnen. Durch die Messpunkte ist eine Ausgleichsgerade gelegt. Der kleinste, simulierte Abstand zwischen Schirmung und Elektroden entspricht der Geometrie des realen MPS. Daher ist als Referenz dieser Positionswert als waagerechte Linie eingezeichnet.

Das Signalmaximum für den kleinsten Abstand zwischen Elektroden und Schirmung von $250\,\mu\text{m}$ liegt bei $1150\,\mu\text{m}$, ausgehend von der Sensormitte. Auf dem Sensor liegt an dieser Position die äußere Kante der zweiten Elektrode. Dem gegenüber tritt das Signal-

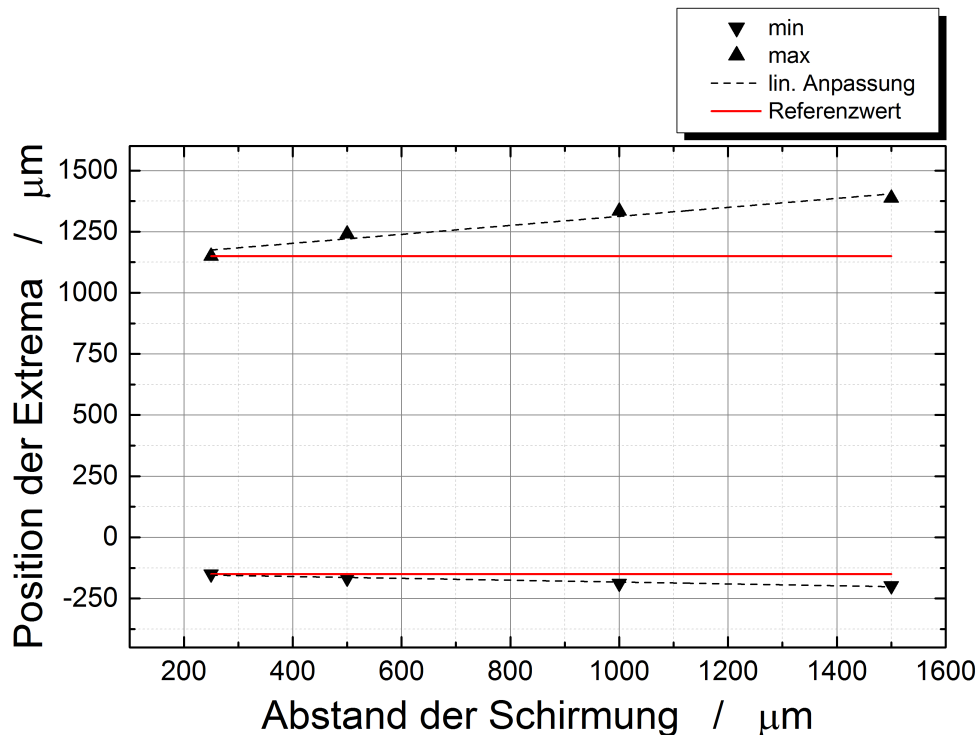


Abbildung 7.10.: Dargestellt sind die Positionen der Extrema gegen den Abstand der Schirmung. Während das Minimum nicht beeinflusst wird, verschiebt sich das Maximum leicht weg von der Sensormitte.

maximum des größten untersuchten Abstands zwischen Elektroden und Schirmung auf, wenn sich die Phasengrenze bei $1400\mu\text{m}$ befindet. Auf dem Sensor liegt an dieser Position bereits der Zwischenraum zwischen Elektroden und Schirmung. Je weiter die Schirmung von den Elektroden entfernt ist, desto später werden die Feldlinien in Flussrichtung gebrochen. Mit zunehmendem Abstand nimmt der Einfluss der Schirmung ab und die Einkopplung in die Elektroden wird für weiter voran geflossene Phasengrenzen bevorzugt. Die Position des Minimums bleibt annähernd konstant. Sie ist weitestgehend unabhängig von den untersuchten Schirmabständen, da die Richtungsänderung des gebrochenen elektrischen Feldes in diese Richtung auch größere Abstände der Schirmung überbrückt.

Daraus folgt, dass mit dem Abstand zwischen Schirmung und Messelektroden die Detektionsposition der Flüssigkeit beeinflusst werden kann. Ideal ist es, wenn die charakteristischen Merkmale im Signal mit signifikanten Merkmalen der Sensoren zusammenfallen. Für das Minimum ist das die Position der Phasengrenze an der inneren Kante der ersten überflossenen Elektrode und für das Maximum bietet sich die äußeren Kante der zweiten Elektrode an. Aus der Simulation folgt, dass diese Positionen der Extrema über dem Sensor bei einem Abstand zwischen Schirmung und Messelektroden von $250\mu\text{m}$ der Fall ist. Durch die herstellungsbedingten Abweichungen sind die Schirmabstände der MPS alle etwas unterschiedlich. Sie reichen von $200\mu\text{m}$ bis $350\mu\text{m}$ und liegen im Schnitt bei $245\mu\text{m}$. Dadurch kommt es bei den Messungen zu Abweichungen in den Positionswerten.

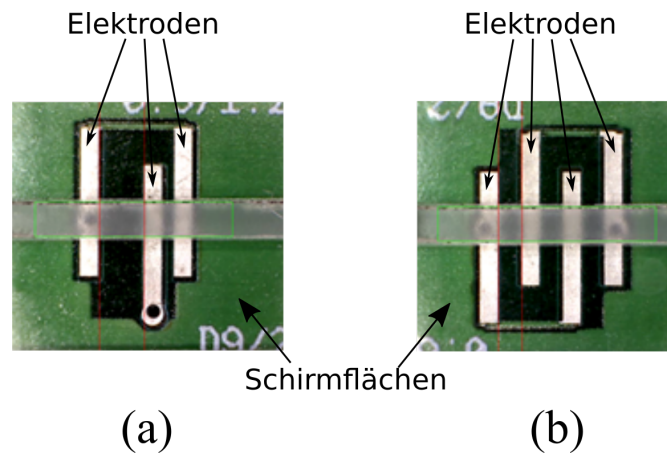


Abbildung 7.11.: Fotografie zweier MPS mit interdigitaler Elektrodenstruktur. a) zeigt einen MPS mit drei Elektroden, davon bilden zwei ein Elektrodenpaar und sind rechts und links einer einzelnen dritten Elektrode angebracht. In b) ist ein MPS mit vier Elektroden, also zwei verzahnten Elektrodenpaaren zu sehen.

7.1.3 Geometrie und Anzahl der Messelektroden

Messungen

In den bisherigen Untersuchungen ging es darum, das Signalverhalten für zwei Messelektroden, umrahmt von einer Schirmelektrode, zu analysieren und zu verstehen. Aus anderen Forschungsbereichen sind interdigitale Elektrodenstrukturen bekannt. Dabei werden mehrere Elektroden ineinander verzahnt. Jede zweite Elektrode liegt dann auf gleichem Potential. Um den Einfluss mehrerer Elektroden auf die Detektion der Phasengrenze zu testen, wird auch für den MPS die Elektrodenstruktur erweitert. Es werden Sensoren mit 3 Elektroden und mit 4 Elektroden untersucht. Dafür wurden jeweils mehrere Sensoren mit unterschiedlichen Geometrien hergestellt um auch den Einfluss verschiedener Abstände zwischen den Elektroden untersuchen zu können. Die Sensoren stammen aus der ersten Generation der Sensoren und besitzen eine Breite von $500\text{ }\mu\text{m}$. Die Struktur mit drei Elektroden besteht aus einem Elektrodenpaar und einer einzelnen Elektrode dazwischen. Bei der Struktur aus vier Elektroden bilden jeweils zwei ein Paar und die Paare sind miteinander verzahnt. Abbildung 7.11 zeigt exemplarisch jeweils einen der Sensoren mit drei bzw. vier Elektroden.

Zunächst wird das Signal des MPS mit vier Elektroden untersucht. Der Sensor ist aus vier Elektroden mit gleichem Abstand zueinander symmetrisch aufgebaut. Daher ist zu erwarten, dass der Verlauf der Kapazität unabhängig von der Flussrichtung ist. In Abbildung 7.12 ist der Verlauf der Kapazität für eine vorbeifließende Phasengrenze zwischen Luft und de-ionisiertem Wasser zu sehen. Die Kapazität ist gegen die Position der Phasengrenze aufgetragen. Der Elektrodenabstand des verwendeten Sensors beträgt $1200\text{ }\mu\text{m}$ zwischen den einzelnen Elektroden. Als schraffierte Flächen sind die Positionen der Elektroden in den Graph eingezeichnet. Ein Vergleich des Signals mit vier Elektroden mit dem Signal zweier Elektroden zeigt gewisse Übereinstimmungen. Ausgehend von einer anfänglichen Gleichgewichtskapazität sinkt das Signal ab und erreicht

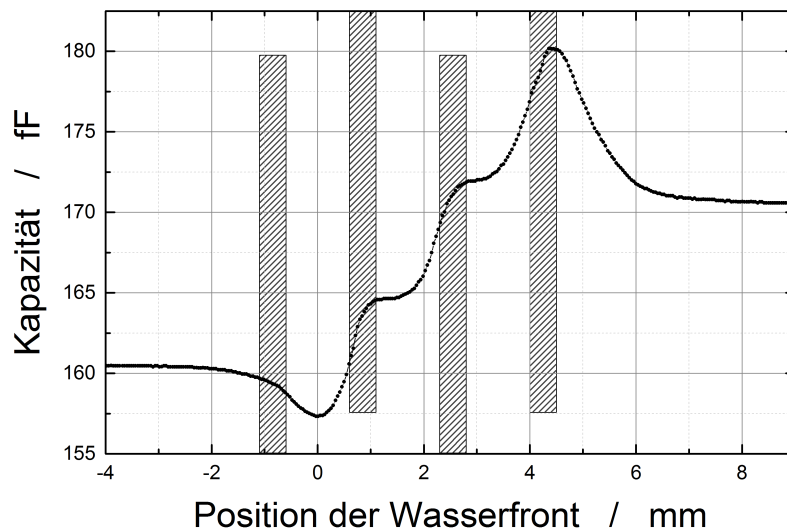


Abbildung 7.12.: Die Abbildung zeigt den Kapazitätsverlauf eines geschirmten Sensors mit vier Elektroden. Die Kapazität ist gegen die Position der Phasengrenze aufgetragen. Als schraffierte Flächen sind die Positionen der Elektroden in den Graph eingezeichnet. An diesen Stellen zeigen sich zusätzlich zu dem Unter- und Überschwinger charakteristische Plateaus im Kapazitätsverlauf. Der Abstand der Elektroden beträgt jeweils $1200 \mu m$.

ein Minimum. Darauf folgt ein Anstieg der Kapazität, der in ein Maximum übergeht, sobald die Phasengrenze die gesamte Elektrodenstruktur passiert hat. Danach sinkt die Kapazität auf einen zweiten Gleichgewichtswert für einen gefüllten Kanal ab. Eine Abweichung im Signalverhalten stellt der Bereich der ansteigenden Kapazität dar. Der Anstieg erfolgt nicht konstant steigend, sondern wird durch zwei Plateaus unterbrochen. Die Plateaus markieren den Durchgang der Phasengrenze an den zwei zusätzlichen mittigen Elektroden. Die Extrema korrelieren in gewohnter Weise wieder mit den Positionen der Phasengrenze an der ersten und letzten Elektrode. Das Minimum entsteht, wenn sich die Phasengrenze kurz vor der Mitte zwischen der ersten und zweiten Elektrode befindet. Das Maximum tritt auf, wenn sich die Phasengrenze am Ende der letzten Elektrode befindet. Mit jeder Stufe steigt die Kapazität um ca. $7 fF$ an.

Ändert man den Abstand der Elektroden, so verhält sich das Signal analog dem in Kapitel 6.1.1 behandelten Fall für zwei Elektroden. Bei einem Abstand von $600 \mu m$ sinkt die Vollkapazität unter die Leerkapazität. Die Stufen rücken, entsprechend ihrer zu den Elektroden korrelierten Position, näher zusammen. Durch den geringeren Elektrodenabstand und die dadurch bedingte schnellere Abfolge zwischen Stufe und Kapazitätsanstieg, fallen die Stufen kürzer aus; sie sind weniger stark ausgeprägt.

Der Verlauf der Kapazität für 4 Elektroden bietet keinen Vorteil für die Positionsbestimmung der Phasengrenze. Anders sieht dies bei drei Elektroden aus. Die drei Elektroden haben einen unterschiedlichen Abstand zueinander. Die Struktur des Sensors ist daher asymmetrisch und eine Asymmetrie kann für das Signal erwartet werden.

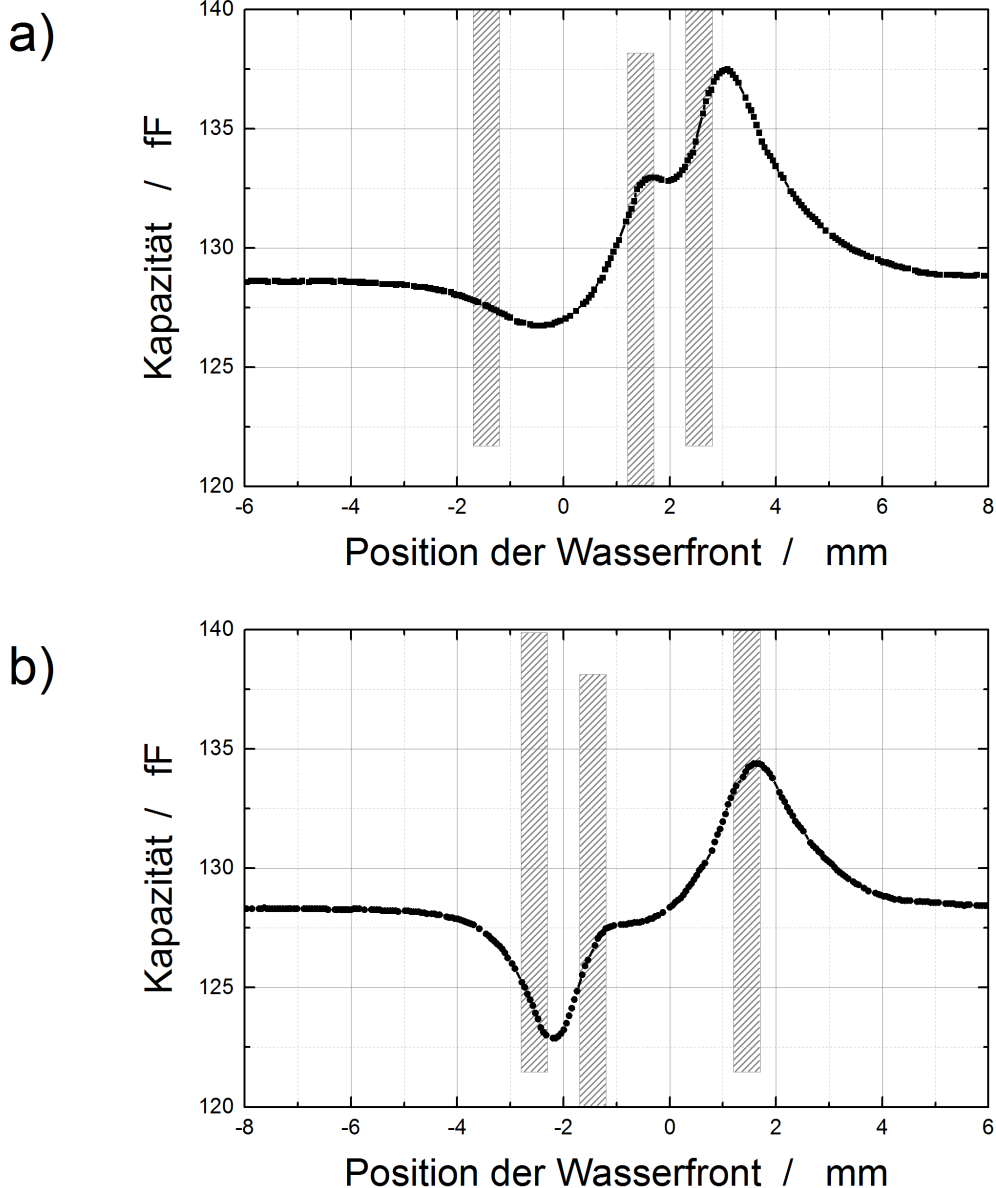


Abbildung 7.13.: Die Abbildungen zeigen den Kapazitätsverlauf eines geschirmten Sensors mit drei Elektroden, deren Abstände zueinander ungleich sind. Als schraffierte Flächen sind die Positionen der Elektroden in die Graphen eingezeichnet. Die Kapazität ist gegen die Position der Phasengrenze aufgetragen. **a)** Die Flüssigkeit überstreicht zuerst den Teilkondensator mit großem Elektrodenabstand. Zusätzlich zu dem typischen Unter- und Überschwinger des geschirmten Sensors zeigt sich ein lokales Maximum an der mittleren Elektrode, der Unterschwinger ist breit und flach. **b)** Wenn die Flüssigkeit zuerst den Teilkondensator mit dem kleineren Elektrodenabstand überstreicht zeigt sich ein Plateau an der mittleren Elektrode und der Unterschwinger ist schmal und tief.

Die Asymmetrie lässt auf die Flussrichtung schließen, aus der die Phasengrenze kommend über den Sensor fließt.

In Abbildung 7.13 sind zwei Signalverläufe des MPS mit drei Elektroden zu sehen. Die Graphen zeigen den Verlauf der Kapazität gegen die Position der Phasengrenze. Als schraffierte Flächen sind auch hier die Positionen der Elektroden markiert. Der größere Elektrodenabstand beträgt $2400\mu m$ und der kleinere $600\mu m$. In Abbildung 7.13a fließt die Flüssigkeit zuerst über die weiter entfernte Elektrode zu den zwei näher zusammen liegenden. Dies wird im folgenden als Hin-Richtung definiert. Zwischen den ersten beiden Elektroden zeigt die Kapazität ein breit gezogenes Minimum. Der Minimalwert wird kurz vor der Mitte zwischen den beiden Elektroden erreicht. Ab da beginnt ein monotoner Anstieg der Kapazität bis die zweite Elektrode erreicht ist. Die Kapazität beginnt anschließend zu sinken, steigt jedoch ab der Mitte zwischen zweiter und dritter Elektrode wieder an. Das absolute Maximum in der Kapazität wird erreicht, wenn die Phasengrenze die dritte Elektrode passiert hat. Danach sinkt die Kapazität ab, auf einen Gleichgewichtswert für den vollständig gefüllten Mikrokanal. Qualitativ verhält sich das Signal für die umgekehrte Flussrichtung genauso. Quantitativ ergeben sich signifikante Unterschiede. In Abbildung 7.13b ist der Verlauf für die Kapazität dargestellt, wenn die Flüssigkeit zunächst die eng beisammen liegenden Elektroden überstreicht. Das Minimum ist wesentlich stärker ausgeprägt. Es wird eine kleinere minimale Kapazität erreicht. Die Position liegt wieder kurz vor der Mitte zwischen den zwei ersten Elektroden. Der erste Anstieg im Signal endet mit dem Überstreichen der zweiten Elektrode. Da diese nun näher liegt, fällt die Strecke bis zu der Stufe kürzer aus. Die erreichte Kapazität gleicht gerade den vorangegangenen Abfall aus und es bildet sich ein Plateau mit gleicher Kapazität wie die Leerkapazität. An diese Stufe schließt ein erneutes Ansteigen der Kapazität an. Dieses geht über in das Maximum, sobald die Phasengrenze die dritte Elektrode gerade überstrichen hat.

Für die in dieser Messung gewählten Abstände der Elektroden von $2400\mu m$ und $600\mu m$ ergibt sich, dass die Vollkapazität annähernd gleich der Leerkapazität ist. So kann der MPS nicht zwischen einem vollen und leeren Mikrokanal unterscheiden, aber die Bewegung und die Bewegungsrichtung der Flüssigkeit detektieren.

Senkt man auch hier die Abstände der Elektroden unter $2400\mu m$ bzw. $600\mu m$, sinkt die Vollkapazität unter die Leerkapazität. Zusätzlich wird die Stufe über der zweiten Elektrode zu einem lokalen Maximum. Dadurch kann der MPS wieder zwischen dem gefüllten und leerem Kanal unterscheiden.

Verwendet man symmetrische, interdigitale Elektroden für den MPS, so verhalten sich diese wie eine mehrfach parallel geschaltete Grundstruktur aus zwei Elektroden. In dem hier behandelten Fall von vier Elektroden wird der charakteristische Signalverlauf der Grundstruktur drei mal hintereinander durchlaufen. Zunächst bilden die ersten beiden Elektroden zusammen mit der Schirmung ein Kondensatorsystem. Es entsteht ein Minimum, gefolgt von einem linearen permittiven Anstieg der Kapazität. Dieser geht in ein Plateau über. Das gewohnte Maximum kann hier nicht auftreten, da anstelle einer Schirmfläche eine weitere Elektrode folgt. Diese Elektrode trägt aber zum Messsignal bei. Die erste und zweite Elektrode bilden also einen halb geschirmten koplanaren Kondensator. Eine Konkurrenz um das Signal findet nur zwischen der ersten Elektrode und der Schirmung statt. Der Stufe folgt ein weiterer Anstieg der Kapazität, da nun die zweite und dritte Elektrode als koplanarer Kondensator wirken. Ein lokales Minimum und Maximum bleibt aus, da in diesem Fall keine Konkurrenz zur Schirmelektrode besteht. Die Schirmung wird ihrerseits durch die erste und vierte Elektrode von dem momentan dynamisch arbeitenden Kondensator abgeschirmt. Dieser Effekt wiederholt sich, während sich die Phasengrenze zwischen der dritten und vierten Elektrode bewegt. Die letzten beiden Elektroden bilden nun wieder ein halb geschirmtes Kondensatorsystem. Daher tritt ein maximaler Kapazitätswert auf, wenn die Phasengrenze die letzte Elektrode überflossen hat. Die Vollkapazität wird erreicht, sobald das Feld sich gleichmäßig auf die Empfänger und Schirmelektroden verteilt hat. Der Anstieg der Kapazitäten der einzelnen Stufen ist jeweils gleich hoch. Das zeigt, dass sich die Kapazitäten der Kondensatorsysteme addieren. Die Elektroden bilden also eine serielle Verschaltung von Kondensatoren.

Das Signal des MPS mit drei Elektroden kann mit analogen Überlegungen erklärt werden. Der Sensor lässt sich in zwei Kondensatoren aufteilen. Jeweils einer mit kleinem Plattenabstand und ein Kondensator mit größerem Abstand. Die Ausprägung des Minimums hängt, wie bereits diskutiert, mit dem Abstand der Elektroden zusammen. Durch die zwei unterschiedlichen Abstände zwischen den Elektroden, fällt das Minimum in einer Flussrichtung kleiner aus, als in der anderen Flussrichtung.

Die Reihenfolge des größeren bzw. kleineren Elektrodenabstands hat auch einen Einfluss darauf, ob zwischen Minimum und Maximum lokale Extrema oder Stufen auftreten. Fließt die Flüssigkeit zuerst über den breiteren Kondensator und dann über den schmaleren, entsteht ein lokales Minimum. Bei der umgekehrten Flussrichtung entsteht eine Stufe. Liegen die Elektroden nahe beieinander, ist auch der Weg zu der Schirmung kürzer. Dadurch können die Feldlinien auch in die Schirmung einkoppeln und es entsteht ein lokales Minimum.

Dass die Vollkapazität bei kleinen Elektrodenabständen unter die Leerkapazität fällt, hängt von der Breite der Elektroden und ihrem Abstand zueinander ab. Durch beide Parameter rückt die Schirmfläche näher an die Messelektroden. Die Feldbrechung in der Flüssigkeit begünstigt zusätzlich die Einkopplung des elektrischen Feldes in die Schirmung anstelle der Messelektrode, sodass bei gefülltem Kanal weniger Kapazität in die Messelektrode koppelt, als beim leerem Kanal.

7.1.4 Zusammenfassung

Der MPS zeichnet sich durch die von einer Schirmelektrode umgebenen Messelektroden aus. Unter Berücksichtigung dieses Konzepts lassen sich MPS mit unterschiedlichen Elektrodengeometrien herstellen. Die in diesem Kapitel betrachteten Parameter der Elektrodengeometrie sind zum einen die Anzahl der Messelektroden und ihre Breite und zum anderen der Abstand der Messelektroden zueinander, sowie der Abstand der Schirmfläche zu den Messelektroden.

Es wurden Messungen an MPS mit zwei, drei und vier Messelektroden durchgeführt. Dabei hat sich gezeigt, dass die einfache Ausführung mit einer Sende- und einer Empfangselektrode bereits ausreichend ist, um sowohl die Position der Flüssigkeitsfront im Kanal zu detektieren, als auch die lokale Flussrate zu bestimmen. Ist es für die Anwendung auch wichtig, die Flussrichtung zu kennen, kann ein MPS mit drei Messelektroden eingesetzt werden. Eine Erweiterung auf mehr als drei Messelektroden liefert keine weiteren Informationen.

Der MPS mit zwei Messelektroden lässt sich sowohl parallel zum Kanal, als auch senkrecht ausrichten. Hier wurde gezeigt, dass die senkrechte Ausrichtung eine einfachere Montage ermöglicht, da der Kanal nicht exakt mittig über den Elektroden liegen muss, um ein eindeutig auswertbares Signal zu erhalten.

Mit der Breite der Elektroden und ihrem Abstand zueinander wird die Reichweite des Feldes beeinflusst. Schmale Messelektroden haben ihren sensitiven Bereich knapp über der Sensoroberfläche. Das Feld zwischen den Messelektroden koppelt am besten durch einen nah am Sensor liegenden Kanal. Wird eine mikrofluidische Kartusche mit größerem Abstand zum MPS angebracht, z.B. durch eine dickere Deckelfolie, so muss ein MPS mit größerem Elektrodenabstand gewählt werden. Dadurch wird es sogar möglich, mit zwei MPS übereinander liegende Kanäle getrennt zu betrachten.

Der vierte, betrachtete Geometrieparameter ist der Abstand der Schirmung zu den Messelektroden. Dieser hat einen Einfluss auf die Position der für den MPS charakteristischen Extrema im Signal. Liegt die Schirmung weiter weg von den Messelektroden werden auch die beiden Extrema auseinander gezogen. Als Ideal wird hier eine Geometrie angesehen, bei der die Extrema mit signifikanten Merkmalen des Sensors zusammen fallen. Für die in dieser Arbeit verwendete Kartusche liegt der ideale Schirmabstand des MPS bei $250\text{ }\mu\text{m}$. Damit liegen die Extrema auf den inneren Kanten der beiden Messelektroden. Der MPS lässt sich damit sehr einfach und präzise unter dem Kanal ausrichten.

7.2 Einfluss der elektrischen Eigenschaften der Flüssigkeit

Für die Anwendung des Sensors ist es wichtig, dass unterschiedliche Flüssigkeiten erkannt werden können. Die Stoffeigenschaften, auf die der kapazitive Sensor anspricht, sind die Permittivität und Leitfähigkeit. Sowohl die Änderung der Permittivität, wie auch die der Leitfähigkeit wirken sich auf die Dynamik des Signals aus. Daher werden im folgenden beide Parameter weitestgehend getrennt voneinander betrachtet. Die Leitfähigkeit kann direkt im Experiment getestet werden. Dazu bieten sich stark verdünnte Kalibrierlösungen von Leitfähigkeitsmesszellen an. Die Untersuchung des Einflusses der Permittivität gestaltet sich schwerer. Flüssigkeiten unterschiedlicher Permittivitäten liegen überwiegend als Lösungsmitteln oder giftige Stoffe vor. Um diese verwenden zu können, sind andere Materialien für die mikrofluidischen Kartusche nötig, wie z.B. PEEK. Daher wurde hier auf Simulationen zurückgegriffen.

7.2.1 Leitfähigkeit

Messungen

Zunächst wird der Einfluss der Leitfähigkeit der Flüssigkeit auf den Kapazitätsverlauf eines MPS mit $300\,\mu\text{m}$ betrachtet. Um die Leitfähigkeit der Flüssigkeit zu ändern ohne die Permittivität zu beeinflussen werden stark verdünnte KCl-Maßlösungen verwendet. Die Permittivität kann als quasi konstant bei $\epsilon_R = 78$ angenommen werden. Als Referenz dient die Messung an entionisiertem Wasser, diese stellt auch die Messung mit der niedrigsten Leitfähigkeit dar. Vor jeder Messung wurde der mikrofluidische Kanal mit entionisiertem Wasser gespült, um den durch Restflüssigkeit bedingten Offset der Leerkapazität klein zu halten.

In Abbildung 7.14 sind Signalverläufe für verschiedene Leitfähigkeiten dargestellt. Aufgetragen ist jeweils der um die Leerkapazität von $151\,\text{fF} \pm 2\,\text{fF}$ bereinigte Kapazitätsverlauf gegen die Position der Phasengrenze. Es sind Kapazitätsverläufe mit Leitfähigkeiten von $0,7\,\mu\text{S}/\text{cm}$ bis $127,5\,\mu\text{S}/\text{cm}$ abgebildet. Die Kurvenverläufe gehören mit absteigender maximaler Kapazität zu Messungen mit steigender Leitfähigkeit. Der Kapazitätsverlauf der Messung an entionisiertem Wasser zeigt den höchsten Kapazitätsanstieg. Mit steigender Leitfähigkeit wird eine geringere Kapazitätszunahme gemessen.

Die Skizze des Signalverlaufs in Abbildung 7.15 zeigt wieder die für den Vergleich der Messungen an unterschiedlichen Leitfähigkeiten verwendeten Kapazitätsdifferenzen.

Das Minimum Δ_{\min} der gemessenen Signale fällt umso tiefer aus, je höher die Leitfähigkeit der Flüssigkeit ist. Für entionisiertes Wasser sinkt die Kapazität um $3\,\text{fF}$. Bei der KCL-Lösung mit größter Leitfähigkeit nimmt die Kapazität um $10\,\text{fF}$ ab. Der Kapazitätsanstieg zwischen den Extrema Δ_{peak} fällt dagegen geringer aus mit steigender Leitfähigkeit. Dies hat zur Folge, dass für große Leitfähigkeiten das Maximum unter dem Niveau der Leerkapazität bleibt. Nach Erreichen des Maximums sinkt die Kapazität für alle Signalverläufe auf die Vollkapazität ab. Hier zeigt sich eine Veränderung der Form des Verlaufs. Für sehr schwach leitfähige Flüssigkeiten zeigt sich ein $1/x$ Verlauf der Maximalkapazität auf die Vollkapazität. Steigt die Leitfähigkeit, verläuft die Kapazität flacher. Der Übergang in die Vollkapazität erfolgt abrupt. Für Leitfähigkeiten größer

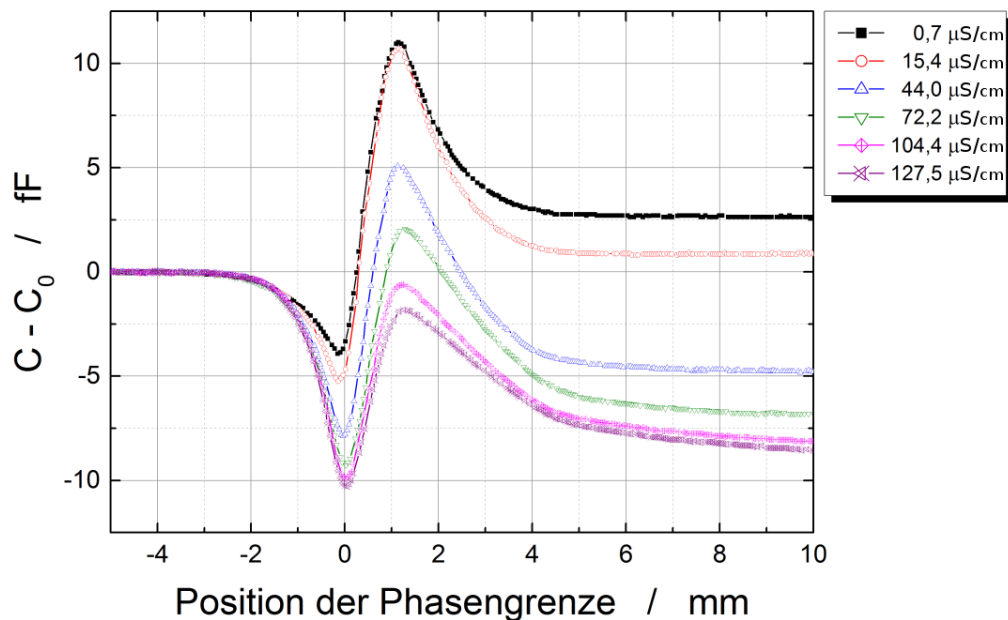


Abbildung 7.14.: Abgebildet sind Messungen mit unterschiedlich stark verdünnten KCl-Lösungen. Die Leitfähigkeit bewegt sich zwischen $0,7 \mu\text{S/cm}$ bis $142,5 \mu\text{S/cm}$. Die Kapazität ist gegen die Position der Phasengrenze aufgetragen. Die Messungen wurden an einem Sensor mit $300 \mu\text{m}$ Elektrodenbreite durchgeführt. Vor jeder Messung wurde der Kanal mit entionisiertem Wasser gespült.

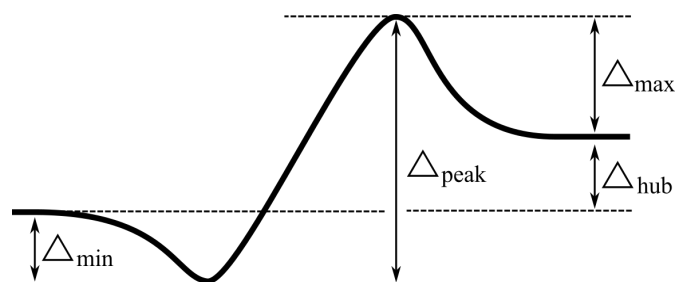


Abbildung 7.15.: In die Skizze des Kapazitätsverlaufs sind nochmal die für den Vergleich verwendeten Kapazitätsdifferenzen eingezeichnet: Δ_{\min} als Tiefe des Minimums ausgehend von der Leerkapazität, Δ_{\max} als Höhe des Maximums bzgl. der Vollkapazität und Δ_{peak} als Höhe des Kapazitätsanstiegs zwischen den beiden Extrema.

70 S/cm zeigt sich in der Abbildung, dass die Kapazität auch nach vollständiger Bedeckung des Sensors mit Flüssigkeit noch linear abnimmt. Der Gleichgewichtszustand des Feldes zwischen den Elektroden stellt sich hier nicht direkt ein, wenn der Sensor vollständig mit Flüssigkeit bedeckt ist. Die Vollkapazität ist umso geringer, je größer die Leitfähigkeit der Flüssigkeit ist. Der Verlauf zeigt, dass sich die Kapazität des vollen Kanals bei steigender Leitfähigkeit einem konstanten Wert annähert. Höhere Leitfähigkeiten führen zu keinem weiteren Absinken der Vollkapazität.

In Abbildung 7.16 sind die Differenzen aus Vollkapazität und Leerkapazität gegen die Leitfähigkeit aufgetragen. Die negativen Werte verdeutlichen, dass die Vollkapazität unter die Leerkapazität sinkt.

Diskussion

Das Sensorsignal zeigt eine Abhängigkeit von der Leitfähigkeit der Flüssigkeit. Generell sinkt die Kapazität eines Kondensators bei steigender Leitfähigkeit des Dielektrikums. Die Ladungen können über das leitende Medium zwischen den Elektroden abfließen. Befindet sich das leitende Dielektrikum nicht in direktem Kontakt zu den Elektroden, wirkt sich die Leitfähigkeit abschirmend auf die Feldausbreitung zwischen den Elektroden aus. Die Flächen des leitenden Materials wirken ihrerseits wie Elektroden. Dieser Effekt tritt bei dem MPS auf.

Durch die planare Anordnung der Elektroden breitet sich das Feld quasi elliptisch aus. Dabei geht nur ein Teil des Feldes durch die Flüssigkeit. Ein anderer Teil koppelt direkt durch die Deckelfolie in die Empfängerelektrode ein. Besitzt die Flüssigkeit im Kanal eine Leitfähigkeit, so fangen die frei beweglichen Ionen das Feld ab. Je leitfähiger die Flüssigkeit, desto mehr Ionen stehen zur Verfügung. Dadurch sinkt mit zunehmender Leitfähigkeit die Eindringtiefe des Feldes in die Flüssigkeit. Ab einer bestimmten Höhe der Leitfähigkeit kann das Feld die Flüssigkeit nicht mehr durchdringen. Der Übergang zwischen Deckelfolie und Flüssigkeit wirkt nun wie eine weitere Elektrode. Die gemessene Kapazität sinkt nicht auf Null ab, wie bei einem Plattenkondensator, da dem Feld noch andere Wege als durch die Flüssigkeit bleiben. Das Feld, welches noch in die Empfängerelektrode einkoppelt, geht durch die Deckelfolie und den Raum zwischen den Elektroden. Die Vollkapazität kann einen Grenzwert nicht unterschreiten, da das Feld immer über die Deckelfolie in die Empfängerelektrode einkoppeln kann. Dieser Wert ist sehr klein, sodass die Vollkapazität weit unter die Leerkapazität absinkt.

Die Leitfähigkeit spiegelt sich auch im ohmschen Widerstand des Sensors wieder. Der ohmsche Widerstand wird aus dem Realteil der Impedanz berechnet. Für Leitfähigkeitsmesszellen existiert ein linearer Zusammenhang zwischen der Leitfähigkeit und dem Widerstand. Der Proportionalitätsfaktor wird als Zellkonstante K bezeichnet. Durch die Zellkonstante kann aus dem gemessenen Widerstand die Leitfähigkeit berechnet werden.

$$\sigma = K \cdot \frac{1}{R} \quad (7.3)$$

Die Zellkonstante K wird nach Gleichung 7.3 aus Kalibriermessungen bestimmt. Dabei ist σ die Leitfähigkeit der Kalibrierlösung und R der gemessene Widerstand.

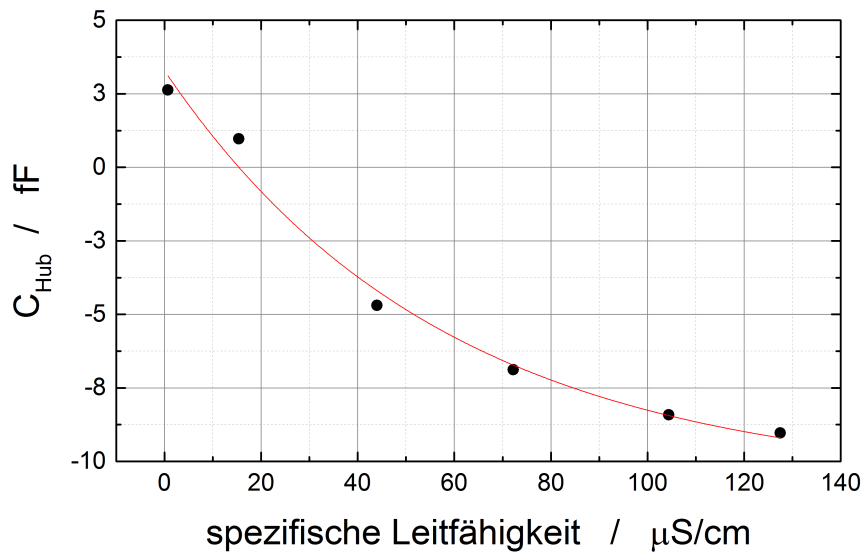


Abbildung 7.16.: Dargestellt ist die Differenz aus Vollkapazität und Leerkapazität C_{Hub} gegen die Leitfähigkeit der KCl-Lösung. Mit steigender Leitfähigkeit sinkt die Vollkapazität. Die Vollkapazität nimmt dabei Werte unter der Leerkapazität an.

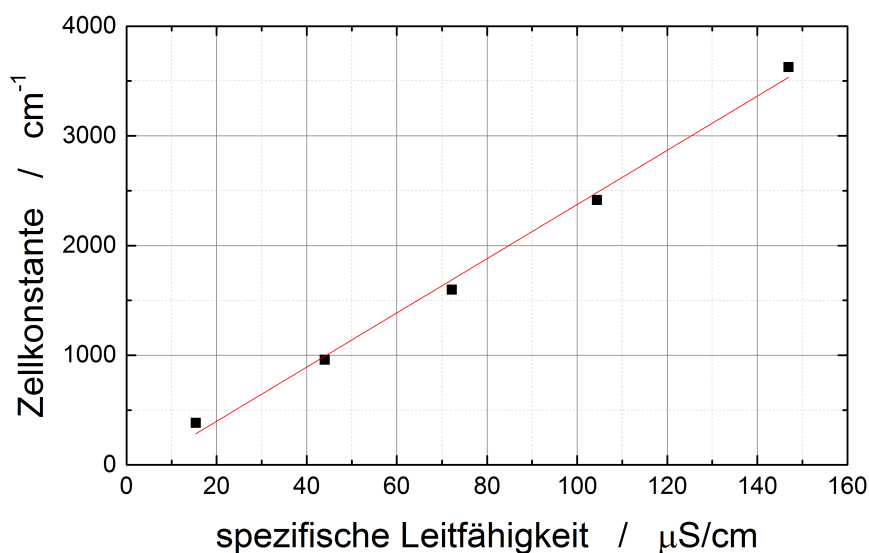


Abbildung 7.17.: Ergebnis der Berechnung der Zellkonstante des MPS anhand der Messungen mit unterschiedlich verdünnten KCl-Lösungen. Durch die Datenpunkte ist eine Ausgleichsgerade gelegt (rot), die den Verlauf der Messpunkte sehr gut beschreibt. Der Sensor zeigt keinen konstanten Faktor zur Rückrechnung auf die Leitfähigkeit aus dem gemessenen Widerstand

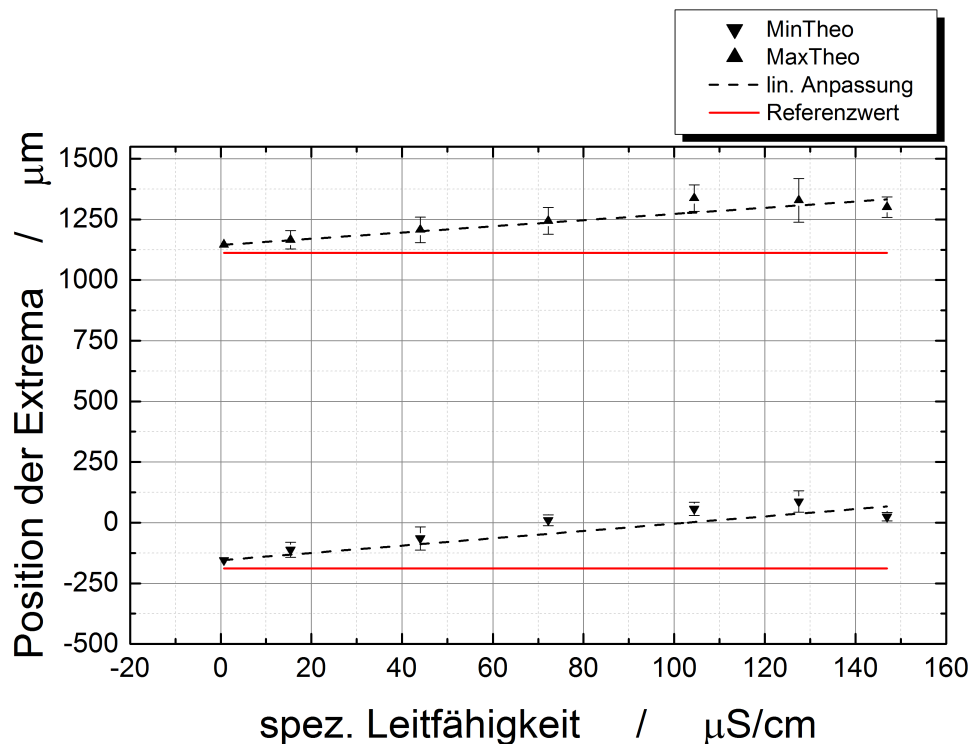


Abbildung 7.18.: Aufgetragen sind die Positionen der beiden Extrema gegen die Leitfähigkeit der Lösung. Die optische Unsicherheit beträgt im Mittel $45 \mu\text{m} \pm \mu\text{m}$. Durch die Messpunkte verläuft eine Ausgleichsgerade mit geringer Steigung. Es zeigt sich eine lineare Abhängigkeit der Position der Extrema von der Leitfähigkeit der Lösung.

Da der Wert der Zellkonstante unabhängig von der Leitfähigkeit der Kalibrierlösung ist, reicht eine Einpunktbestimmung. Für den MPS wird der Wert der Zellkonstante dennoch für alle gemessenen Lösungen berechnet. In Abbildung 7.17 sind die so berechneten Werte gegen die Leitfähigkeit aufgetragen. Die Werte der Zellkonstante liegen auf einer Geraden. Die Ausgleichsgerade zeigt ein monoton steigenden Verlauf. Die Steigung beträgt $2,1 \times 10^7 \frac{\text{m}^2}{\text{S}}$. Die Messwerte streuen nur sehr wenig um die Ausgleichsgerade. Für den MPS ergibt sich keine eindeutige Zellkonstante. Der Wert der Zellkonstanten hängt linear von der Leitfähigkeit ab. Der MPS kann daher nicht zur Leitfähigkeitsmessung verwendet werden.

Der MPS dient der Positionsbestimmung der Phasengrenze. Es ist daher interessant zu sehen, ob hier eine Abhängigkeit von der Leitfähigkeit existiert. In Abbildung 7.18 sind die Positionen der Extrema gegen die Leitfähigkeit aufgetragen. Durch die Messpunkte ist eine Ausgleichsgerade gelegt. Als Referenz ist die Position der Extrema für entionisiertes Wasser als waagerechte Linie eingezeichnet. Man sieht, dass sowohl das Minimum, als auch das Maximum sich mit steigender Leitfähigkeit verschieben.

Das Minimum verschiebt sich in Richtung der leeren Kanalseite. Für eine Leitfähigkeit von $70 \mu\text{S/cm}$ befindet es sich über der Sensormitte, auf der Position 0. Steigt die Leitfähigkeit weiter, so verschiebt sich die Position über die Sensormitte zu positiven Positionswerten hin. Für die hier dargestellten Leitfähigkeiten verschiebt sich das Minimum um knappe $200 \mu\text{m}$ von der kleinsten zu größten Leitfähigkeit. Ähnlich verhält sich das Maximum. Auch hier verschiebt sich die Position entlang der Fließrichtung der

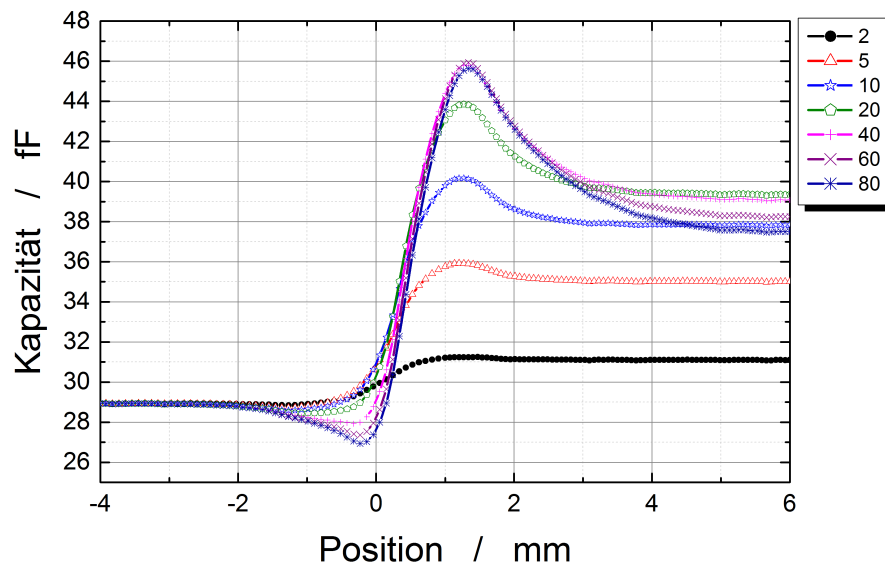


Abbildung 7.19.: Abgebildet sind Kapazitätsverläufe aus Simulationen mit unterschiedlichen relativen Permittivitäten ϵ_r der Flüssigkeit. Die niedrigste Permittivität von 2 entspricht der von Öl und die größte simulierte Permittivität von 80 entspricht Wasser. Die Leitfähigkeit ist konstant bei $0,7 \mu S/cm$ gehalten.

Flüssigkeit um knappe $200 \mu m$ von der Messung mit kleinster Leitfähigkeit zur Messung mit größter Leitfähigkeit.

Das Signal des MPS verschiebt sich in Abhängigkeit von der Leitfähigkeit. Dabei bleiben die Extrema für die betrachteten Leitfähigkeiten gut ausgeprägt. Die Positionsinformation der Phasengrenze kann daher mit gleichbleibender Qualität aus dem Signal gewonnen werden. Der Abstand zwischen den Extrema bleibt auch annähernd konstant und die Positionen verhalten sich proportional zu der Änderung der Leitfähigkeit. Für Flüssigkeiten bekannter Leitfähigkeit kann die Auswertung der Positionsinformation des MPS auf die geänderten Werte kalibriert werden.

7.2.2 Permittivität

Simulation

Neben der Leitfähigkeit beeinflusst auch die relative Permittivität ϵ_r der Flüssigkeit das Signal. Im besonderen ist die Permittivität ausschlaggebend für die Signalstärke. Die in Abbildung 7.19 gezeigten Kapazitätsverläufe wurden mittels Simulationen berechnet. Der Simulation liegt das vereinfachte Modell zugrunde (Kapitel 5.4). Dieses berücksichtigt nur die Elektroden und Flüssigkeitseigenschaften. Es sind Signalverläufe für sieben verschiedene Permittivitäten zwischen $\epsilon_r = 2$ und $\epsilon_r = 80$ zu sehen. Die Referenz für die untersuchten Permittivitäten sind zum einen Öl als untere Grenze und Wasser als obere Grenze. Öle haben eine Permittivität um $\epsilon_r = 2$ und Wasser liegt bei ca. $\epsilon_r = 78$.

Für die Messungen und Simulationen wurde ein MPS mit einem Elektrodenabstand von $600\text{ }\mu\text{m}$ verwendet.

Die simulierte Leerkapazität liegt mit 40 fF unter der Leerkapazität der Messungen mit $133\text{ fF} \pm 1\text{ fF}$, da für die Simulation das vereinfachte Modell verwendet wurde. Ausgehend von der Leerkapazität zeigt sich, dass mit sinkender Permittivität die Ausprägung beider Extrema zurück geht. Auch sinkt die maximale Kapazität. Betrachtet man die Vollkapazität, fällt ein nichtlineares Verhalten auf. Mit sinkender Permittivität steigt der Wert der Vollkapazität zunächst an. Für Permittivitäten unter $\epsilon_r = 40$ fällt die Vollkapazität wieder ab. Der Unterschied zwischen maximaler Kapazität und Gleichgewichtskapazität des gefüllten Kanals sinkt mit abnehmender Permittivität. Die Kapazität des gefüllten Kanals liegt für alle simulierten Permittivitäten über der Anfangskapazität des leeren Kanals. Für den simulierten Verlauf von Öl liegt ein Unterschied von ca. 2 fF zwischen den Gleichgewichtskapazitäten vor.

In den Abbildung 7.20 und 7.21 wird dies auch anhand zweier Messung gezeigt. Dargestellt sind eine Messkurven mit Öl $\epsilon_r = 2$ und eine mit Butanol bei $\epsilon_r = 20$. Dazu abgebildet ist der simulierte Kapazitätsverlauf. Wie bereits in Kapitel 6.2.1 behandelt, bildet die Simulation die Messung gut ab, überzeichnet aber den Anstieg in der Kapazität. Der Kapazitätsverlauf der Messung an Öl zeigt schwach ausgeprägte Extrema. Sowohl Minimum, als auch Maximum sind noch eindeutig auswertbar. Der auf das Minimum folgende Kapazitätsanstieg von 1 fF kann mit hinreichend empfindlicher Elektronik detektiert werden. Die Signalcharakteristik der Messung bleibt deutlich erkennbar. In der Messung an Butanol sind die Extrema deutlicher ausgeprägt, besonders das Maximum. Der Signalanstieg zwischen Leer- und Vollkapazität liegt bei 8 fF .

Diskussion

Die Kapazität des Sensors hängt direkt von der Permittivität der Flüssigkeit ab. Mit steigender Permittivität steigt die Kapazität des Kondensators, da mehr Ladungen auf den Elektroden gesammelt werden können. Durch die höhere Ladungsdichte steht mehr Feld zur Verfügung, das zwischen den zwei Kondensatoren des MPS umgelagert werden kann. Dadurch steigt die Ausprägung der Extrema.

Die Messungen zeigen, dass selbst für eine sehr geringe Permittivität von $\epsilon_r = 2$ der typische Signalverlauf vorhanden ist. Die Position der Extrema lassen sich über die Ableitung der aus der Simulation gewonnenen Kapazitätsverläufe auswerten. In Abbildung 7.22 sind die Positionen der Extrema gegen die Höhe der Permittivität aufgetragen. Als Referenzlinie ist die Position aus der Simulation an Wasser für Minimum und Maximum eingetragen.

Die Abbildung zeigt, dass die Position der Extrema von der Permittivität abhängen. Die Position des Minimums zeigt ein stufenförmigen Verlauf. Für kleine Permittivitäten liegt die Position weiter von der Sensormitte weg. Für $\epsilon_r < 10$ ist die Position konstant. Sie liegt bei ca. $-1300\text{ }\mu\text{m}$. Die Position entspricht bei der hier verwendeten Sensorgeometrie der äußeren Kante der ersten Elektrode. Bei diesen Permittivitäten ist die Felddichte sehr gering. Dadurch überwiegt der Anstieg der Kapazität durch die veränderte Permittivität der Flüssigkeit über die Feldverlagerung zwischen Elektroden und Schirmung.

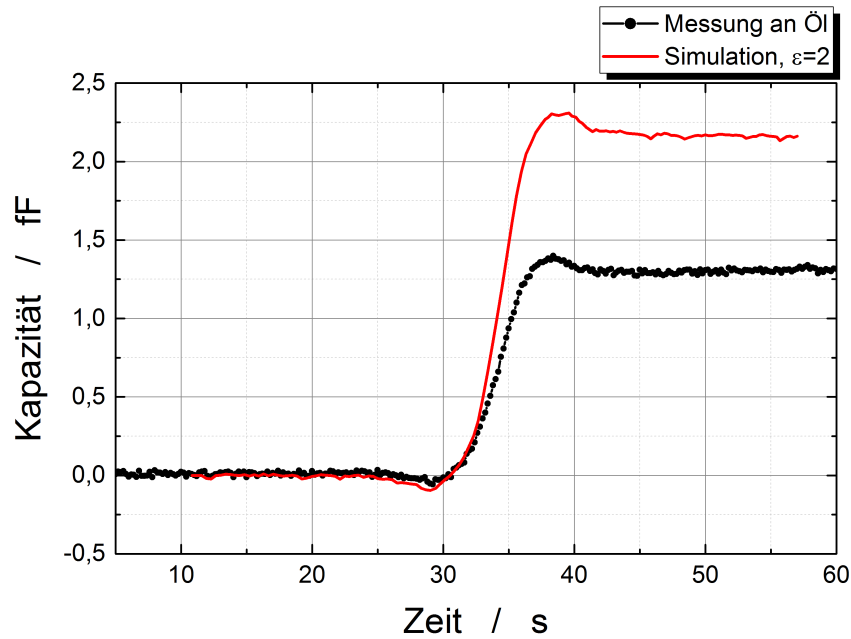


Abbildung 7.20.: Dargestellt sind ein gemessener und ein simulierter Signalverlauf. Als Flüssigkeit wurde Öl mit einer Permittivität von $\epsilon_r = 2$ verwendet. In der Simulation fällt der Signalhub größer aus, als in der Messung; die Ausprägung der Extrema wird von der Simulation gut abgebildet.

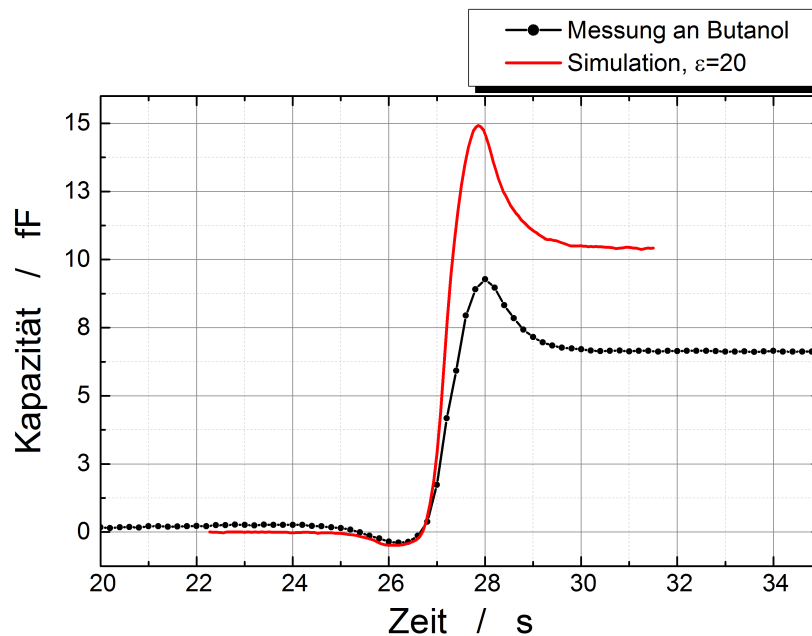


Abbildung 7.21.: Dargestellt sind ein gemessener und ein simulierter Signalverlauf. Als Flüssigkeit wurde Butanol mit einer Permittivität von $\epsilon_r = 20$ verwendet. In der Simulation fällt der Signalhub größer aus, als in der Messung. Der Verlauf des Minimums wird durch die Simulation gut abgebildet, Δ_{max} des Maximums ist hingegen in der Simulation ausgeprägter.

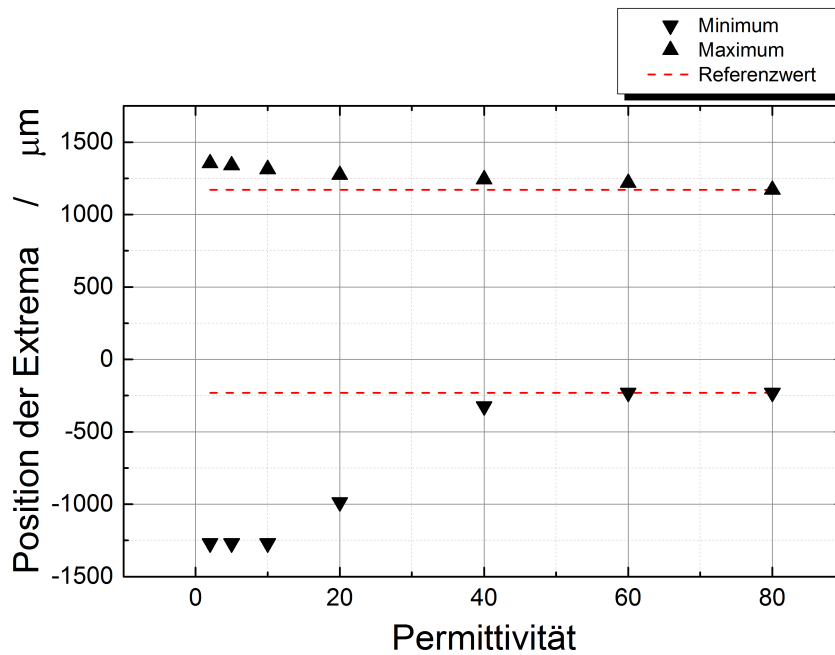


Abbildung 7.22.: Die Darstellung zeigt die Abhängigkeit der gemessenen Position der Extrema von der relative Permittivität der Flüssigkeit. Zwei Referenzlinien markieren die simulierte Position von Minimum und Maximum, wenn Wasser mit einer Permittivität von $\epsilon_r = 80$ durch den Kanal fließt.

Ab einer Permittivität von 10 bis 40 verschiebt sich die Position hin zur Sensormitte, für größere Permittivitäten stellt sich eine konstante Position ein. Diese ist der bisher bereits diskutierte halbe Elektrodenabstand für die Simulation (vgl. Kapitel 6.2).

Für die Position des Maximums zeigt sich eine schwächere Abhängigkeit von der Permittivität. Auch hier entfernt sich die Position von der Sensormitte für schwächere Permittivitäten. Der Unterschied in der Position beträgt hier etwa $250 \mu\text{m}$. Damit verschiebt sich das Maximum auf den Rand der Schirmung. Auch hier tritt die Feldverlagerung hinter die Wirkung der Permittivität zurück. Das Feld koppelt erst auf die Schirmung ein, wenn sich die Phasengrenze direkt an der Schirmung befindet.

7.2.3 Zusammenfassung

Der MPS kann sowohl bei Flüssigkeiten unterschiedlicher Permittivität eingesetzt werden, als auch bei schwach leitfähigen Flüssigkeiten, wie sie in biologischen Analysen verwendet werden. Die charakteristischen Extrema des MPS-Signals bleiben erhalten und eindeutig auswertbar. Die beiden elektrischen Materialeigenschaften haben dabei unterschiedliche Auswirkung auf das Sensorsignal.

Die Leitfähigkeit der zu detektierenden Flüssigkeit zeigt hauptsächlich einen Einfluss auf das Verhältnis von Leerkapazität C_{leer} zu Vollkapazität C_{voll} . Je höher die Leitfähigkeit, desto mehr nimmt die Vollkapazität ab, bis die Vollkapazität schließlich unter der Leerkapazität liegt. Die Messungen haben auch gezeigt, dass mit zunehmender Leitfähigkeit der Wert der Vollkapazität langsamer sinkt und einem minimalen Wert entgegen geht. Das Feld koppelt in diesem Fall nur durch die Deckelfolie in die Empfängerelektrode ein und wird unabhängig von einer weiteren Erhöhung der Leitfähigkeit.

Die Extrema des Signals werden in ihrer Ausprägung nicht von der Leitfähigkeit beeinflusst. Auch verändert sich ihre Position gleichmäßig, sodass der Abstand der Extrema nahezu konstant bleibt. Die Bestimmung der Flussrate ist damit unabhängig von der Leitfähigkeit der Flüssigkeit.

Die Permittivität der Flüssigkeit wirkt auf die Ausprägung der Signalcharakteristik. Je kleiner die Permittivität ist, desto schwächer ausgeprägt sind die Extrema. Auch der Hub von Leer- auf Vollkapazität nimmt ab. Die Messungen zeigen aber auch, dass selbst für eine sehr schwach permittive Flüssigkeit wie Öl, mit $\epsilon_r = 2$, die Lage der Extrema eindeutig auswertbar ist.

Die Position der Extrema zeigt einen Sprung um $\epsilon_r = 20$. Für eine exakte Positionsbestimmung muss daher die Permittivität der Flüssigkeit bekannt sein. Auch verändert sich die Lage von Minimum und Maximum nicht um den gleichen Betrag, wie es bei der Leitfähigkeit der Fall war. Soll mit dem MPS die Flussrate bestimmt werden, muss auch hier die Permittivität der Flüssigkeit bekannt sein.

7.3 Toleranzen in der Positionierung des Sensors

Der MPS ist als fester Bestandteil der Analyseeinheit vorgesehen. Hingegen ist die mikrofluidische Kartusche aus Kontaminationsgründen nur einmal verwendbar. Vor jeder Nutzung der Analyseeinheit wird eine neue Kartusche eingelegt. Durch Fabrikationstoleranzen kommt es so zu Abweichungen der Ausrichtung von Kartusche und Sensor.

Diese Abweichungen betreffen zum einen die Ausrichtung des Kanals über dem Sensor. So kann der Kanal nicht exakt mittig über den Elektroden liegen, sondern leicht parallel verschoben sein. Zum anderen ist es möglich, dass ein Abstand zwischen Sensor und Kartusche entsteht.

Eine weitere Abweichung betrifft die Deckelfolie der Kartusche. Die Dicke der Folie weist ebenfalls eine Schwankung von bis zu 20% auf, dadurch vergrößert bzw. verkleinert sich der Abstand zum Sensor. Es ist wichtig zu wissen, ab wann das Signal zu stark beeinflusst wird und auf einen Sensor mit angepasstem Elektrodenabstand zurückgegriffen werden muss. Der Elektrodenabstand beeinflusst seinerseits die Signalhöhe und damit die Messbarkeit des Signals, da mit größerem Elektrodenabstand die Kapazität sinkt.

Im Fokus der folgenden Messungen steht besonders der Einfluss auf die Position der beiden Extrema und die Auswertbarkeit.

7.3.1 Seitliche Verschiebung

Der Kanal verläuft senkrecht zur Elektrodenausrichtung. Die Elektroden besitzen eine Länge von 4 mm und der Kanal eine Breite von 1 mm. Wird eine neue Kartusche eingelegt, kann es zu einer seitlichen Verschiebung zwischen Sensor und Kanal kommen. Die Abweichung in der Position kann dadurch bis zu ± 1 mm betragen.

Abbildung 7.23 zeigt die Verschiebung des Kanals entlang der Länge der Elektroden. Auf den Bildern sind Sensor und Kanal von oben zu sehen. Zudem sind die Positionen des Kanals relativ zur Sensormitte eingezeichnet. Die Lage des Kanals wird von der Kanalmitte aus gemessen. Liegt er genau mittig über dem Sensor ist dies die Position Null.

Der Kanal wird in Schritten von 0,5 mm verschoben, bis der Kanal nicht mehr über den Elektroden liegt. Verwendet wurde ein Sensor mit 300 μ m Elektrodenabstand der zweiten Generation. Durch die größere Länge der Elektroden im Vergleich zur Kanalbreite ist zu erwarten, dass das Signal eine große Toleranz gegenüber einer solchen seitlichen Verschiebung zeigt.

Messungen

In Abbildung 7.24 sind die gemessenen Signalverläufe gegen die Position der Phasengrenze aufgetragen. Die Kapazität ist als Differenz zur jeweiligen Leerkapazität dargestellt. In Tabelle 7.1 sind die Leerkapazitäten der Messungen aufgeführt. Es sind Kapazitätsverläufe für sechs verschiedene Positionen des Kanals abgebildet. Der Kanal wurde von 0 bis 2,5 mm in 0,5 mm Schritten entlang der Elektroden verschoben. Die Lage 0 entspricht der optimalen Positionierung des Kanal mittig über den

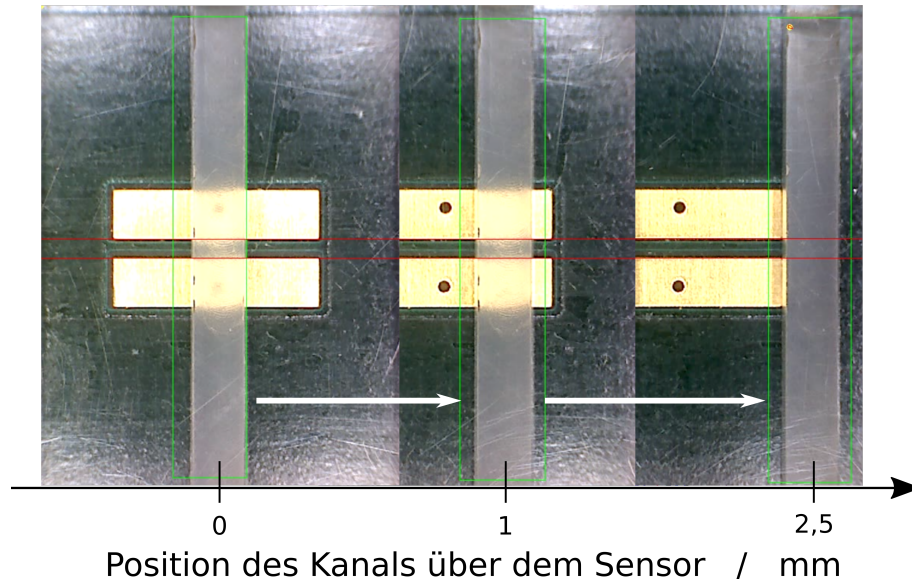


Abbildung 7.23.: Die Aufnahme zeigt die Positionen des Kanals relativ zum Sensor. Die Elektroden haben eine Länge von 4 mm und der Kanal ist 1 mm breit. Die Nullposition des Kanals entspricht einer mittigen Ausrichtung zu den Elektroden. Durch den Pfeil wird die Verschiebung des Kanals senkrecht zu den Elektroden dargestellt.

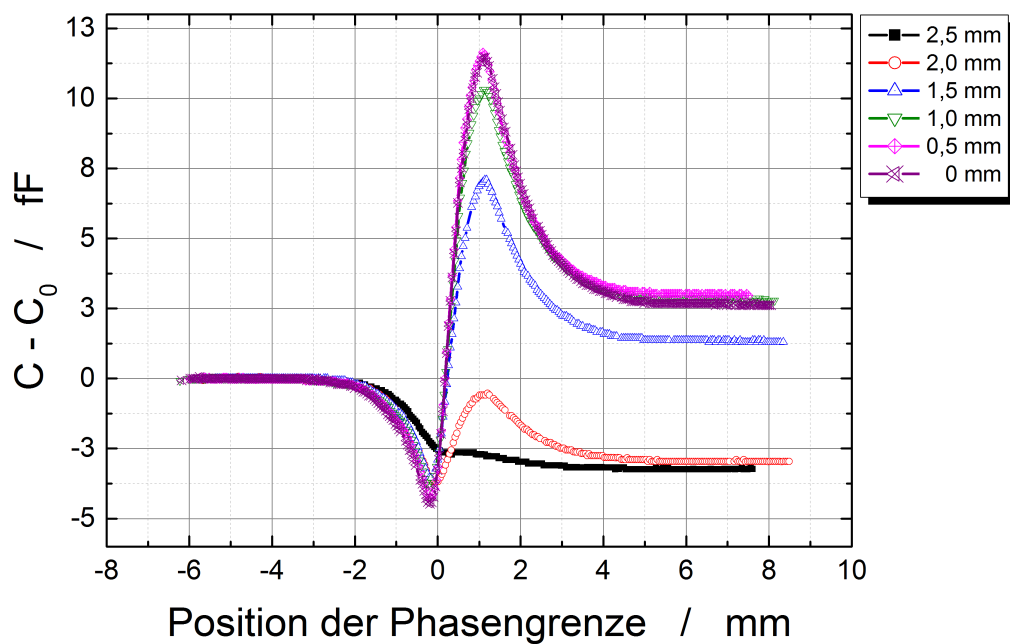


Abbildung 7.24.: Dargestellt sind die Signalverläufe eines 300er MPS für Verschiebungen des Kanals entlang der Elektrodenausrichtung. Die Position des Kanals wird von seiner Mitte aus angegeben. Es wurden Kanalpositionen ausgehend von der Mitte der Elektroden (mittig) bis hinter die Elektroden ($2,5\text{ cm}$) verwendet. Der Kanal wurde für jede Messung um eine halbe Kanalbreite verschoben ($0,5\text{ cm}$). Solange der Kanal teilweise über den Elektroden liegt wird ein Signal mit deutlich ausgeprägten Extrema gemessen.

Elektroden. Bei der Lage $2,5\text{ mm}$ befindet sich der Kanal bereits vollständig neben den Elektroden.

Betrachtet man die dargestellten Signalverläufe fällt eine nicht lineare Veränderung der Form auf. Die Messkurven verlaufen deckungsgleich für Verschiebungen bis 1 mm . Wird der Kanal darüber hinaus verschoben, sinken der Wert der maximalen Kapazität und der Vollkapazität sprunghaft. Befindet sich der Kanal noch halb über den Elektroden, also bei 2 mm , sieht man ein weiteres sprunghaftes Abfallen in den Kapazitäten. Für die Messung mit einer Verschiebung um $2,5\text{ mm}$ sind die Extrema nicht mehr in der Darstellung zu erkennen. Bei dieser Verschiebung liegt der Kanal vollständig neben den Elektroden. Dem gegenüber bleibt die Leerkapazität nahezu konstant. Sie ändert sich nur um $1 fF$ wenn der Kanal aus der mittig über dem Sensor sitzenden Position an die äußerste Position verschoben wird.

Die Messungen zeigen, dass für die Ausprägung des Minimums keine signifikante Abhängigkeit von der seitlichen Verschiebung des Kanals besteht, solange sich der Kanal über den Elektroden befindet. Für den halb über den Elektroden liegenden Kanal sinkt die Vollkapazität unter die Leerkapazität. Wird der Sensor weiter verschoben, sinkt die Vollkapazität nicht weiter.

Die Abbildung zeigt, dass solange sich der Kanal mindestens teilweise über den Elektroden befindet eine Signalauswertung bzgl. Position und Anwesenheit der Flüssigkeit möglich ist.

Diskussion

Durch die langgezogene Form der Elektroden, wird das Signal erst ab einer Verschiebung von $1,5\text{ mm}$ signifikant verändert. Befindet sich die Kanalmitte $1,5\text{ mm}$ entfernt von der Sensormitte liegt der Kanal gerade noch vollständig über den Elektroden. Die Kante des Kanals liegt bündig zur kurzen Kante der Elektroden (Abb.7.23). Hier spielt nun das Streufeld zwischen Elektroden und Schirmung eine Rolle. Über die kurzen Kanten der Elektroden koppelt ein zusätzlicher Teil des Signals durch die Flüssigkeit in die Schirmung ein und geht für die Messung verloren. Dadurch nimmt die Höhe der maximalen Kapazität und der Vollkapazität ab. Die Leerkapazität zeigt ein anderes Verhalten. Wird der Kanal zum Rand der Elektroden verschoben, steigt die Leerkapazität leicht an. Der luftleere Kanal hat eine kleinere Permittivität, als das umgebende Kartuschenmaterial. Wird der Kanal verschoben, ist mehr Kartuschenmaterial im Bereich des gleichförmigen Feldes, als im Bereich des durch den Elektrodenrand deformierten Streufelds. Dadurch steigt C_{voll} an, wenn der Kanal Richtung Elektrodenrand verschoben wird. Liegt der Kanal neben den Elektroden, sinkt die Kapazität wieder. Wird der Kanal weiter verschoben, sodass er nur noch zur Hälfte über den Elektroden liegt, wird zudem der Feldanteil zwischen Sender und Empfänger gesenkt der durch den Kanal verläuft. Das Feld zwischen Schirmung und Elektroden nimmt an Einfluss zu. Dadurch sinkt die Vollkapazität unter die Leerkapazität, wenn in Gegenwart der Flüssigkeit höherer Permittivität das Feld bevorzugt in die Schirmung koppelt.

In Abbildung 7.25 sind die Positionen von Minimum und Maximum gegen die Verschiebung des Kanals aufgetragen. Auch hier zeigt sich das Verhalten aus dem bekannten Signalverlauf. Solange sich der Kanal über den Elektroden befindet wird, im Rahmen des Fehlers, eine konstante Position der Extrema erhalten, markiert durch die

Tabelle 7.1.: Leerkapazität der Messungen mit unterschiedlichen Verschiebungen des Kanals entlang der Sensorelektroden. Position 0 entspricht einer mittigen Ausrichtung des Kanals über dem Sensor.

Verschiebung μm	0	0.5	1	1.5	2	2.5
C_{leer} [$]fF]$	162,7	163,1	163,2	164,1	164,5	163,5

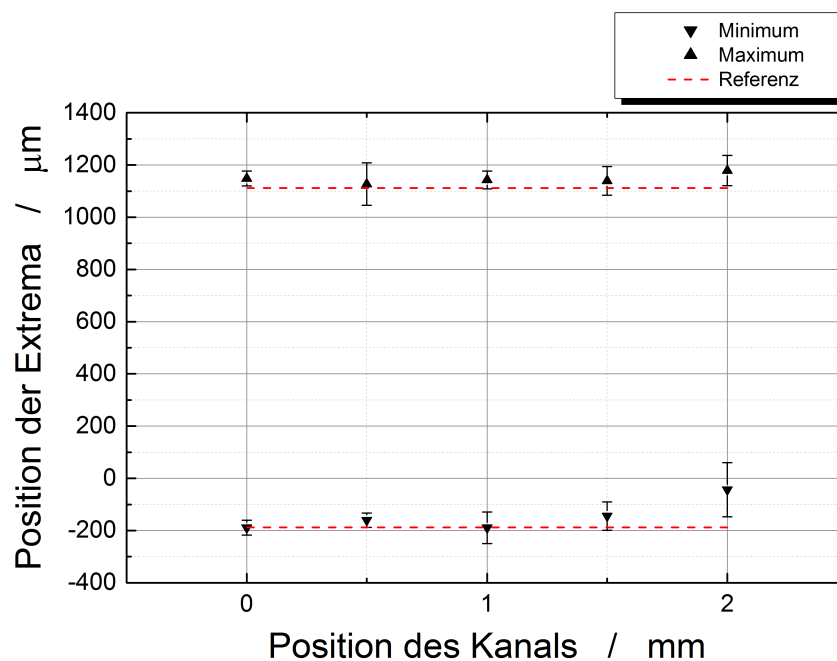


Abbildung 7.25.: Die Positionen der Extrema sind gegen Lage des Kanals über den Elektroden dargestellt. Die Position des Kanals wird von seiner Mitte aus angegeben. Die Position Null entspricht einer mittigen Ausrichtung des Kanal über den Elektroden. Von dort wurde der Kanal jeweils um $0,5\text{ cm}$ entlang der Elektroden verschoben. Die Position der Extrema bleibt annähernd konstant solange sich der Kanal teilweise über den Elektroden befindet. Für eine Verschiebung $< 2,5\text{ }\mu m$ verschwimmen die Extrema zu einer Stufe und es können keine Positionen der Extrema ausgewertet werden.

rote, gestrichelte Referenzlinie. Sie befindet sich an den in Kapitel 6.1.3 diskutierten Positionen. Die Position verschiebt sich erst, wenn der Kanal halb über den Elektroden und der Schirmung liegt. Danach sind keine Positionswerte mehr in der Graphik aufgeführt, da für diese Signalverläufe die Position nicht eindeutig ausgewertet werden konnte.

Bei einer Verschiebung bis 1 mm nach recht oder links ausgehend von der Sensormitte, zeigt der MPS keine Beeinflussung in Signalstärke oder Positionsverhalten der Extrema. Damit hat der MPS eine extrem hohe Toleranz gegenüber seitlichen Verschiebungen. Das Ergebnis zeigt auch, dass die Elektrodenlänge leicht reduziert werden kann, um den Sensor kleiner zu bauen. Dies ist insofern eine wertvolle Erkenntnis, da der Raum um mikrofluidische Kartuschen generell durch viele Aktoren und Sensoren belegt ist, sodass ein kleinerer MPS einfacher unterzubringen ist.

7.3.2 Einfluss von kleinen Abstandsabweichungen und Verkippung des Sensors bei der Montage

Für die hier gezeigten Messungen wird der MPS in eine Halterung eingelegt auf der die mikrofluidische Kartusche fixiert wird (Kapitel 5.2.2). In der Halterung befindet sich eine Aussparung zur Aufnahme des Sensors. Der Aufbau ist in Abbildung 7.26 skizziert. Die obere Abbildung zeigt den Sensor in der Halterung mit der Kartusche in der Seitenansicht. Die Kartusche beinhaltet den Kanal und die Deckelfolie. Beim Sensor werden die Elektroden und die Stopplackschicht hervorgehoben.

Die Tiefe der Aussparung führt zu unterschiedlichen Abständen zwischen Sensor und Kartusche. Es ergeben sich Freiheitsgrade des Sensors bzgl. seiner Lage in der Halterung deren Einfluss hier untersucht werden.

Ein maximaler Abstand von $350\text{ }\mu\text{m}$ wird erreicht, wenn der Sensor am Boden der Aussparung liegt (Abb. 7.26 a). In der Breite sitzt der Sensor passgenau in der Halterung. Dadurch kann der Sensor hochgeschoben werden, bis er bündig mit der oberen Kante der Halterung abschließt (Abb. 7.26 b). Hier verkleinert sich der Luftspalt zwischen Sensor und Kartusche auf die Dicke der Stopplackschicht von ca. $10\text{ }\mu\text{m}$.

Um einen Luftspalt vollständig zu vermeiden muss der Sensor über die Halterung herausragen und fest gegen die Kartusche gepresst werden. Dadurch drücken sich die Elektroden leicht in die Deckelfolie ein und schließen mit dieser ab. Ein über die Halterung herausragender Sensor wird im folgenden mit negativen Abstandswerten ausgedrückt. Dazu werden zwei Lagen des Sensors betrachtet. Zunächst wird der Sensor hochgeschoben, sodass er $150\text{ }\mu\text{m}$ über die Halterung hinausragt und damit einen Abstandswert von $-150\text{ }\mu\text{m}$ hat (Abb. 7.26 c). Im zweiten Fall wird der Sensor mit einem Abstandshalter unterfüttert, sodass er kontinuierlich gegen die Kartusche gepresst wird (Abb. 7.26 d). Dabei ragt der Sensor ca. $420\text{ }\mu\text{m}$ über die Halterung.

Die Halterung bietet zudem auch die Möglichkeit den Sensor zur Kartusche zu verkippen (Abb. 7.26 e,f). Hierbei werden Winkel bis zu $1,6^\circ$ erreicht. Dadurch entsteht ein keilförmiger Spalt zwischen Sensor und Kartusche mit einem mittleren Abstand von $130\text{ }\mu\text{m}$.

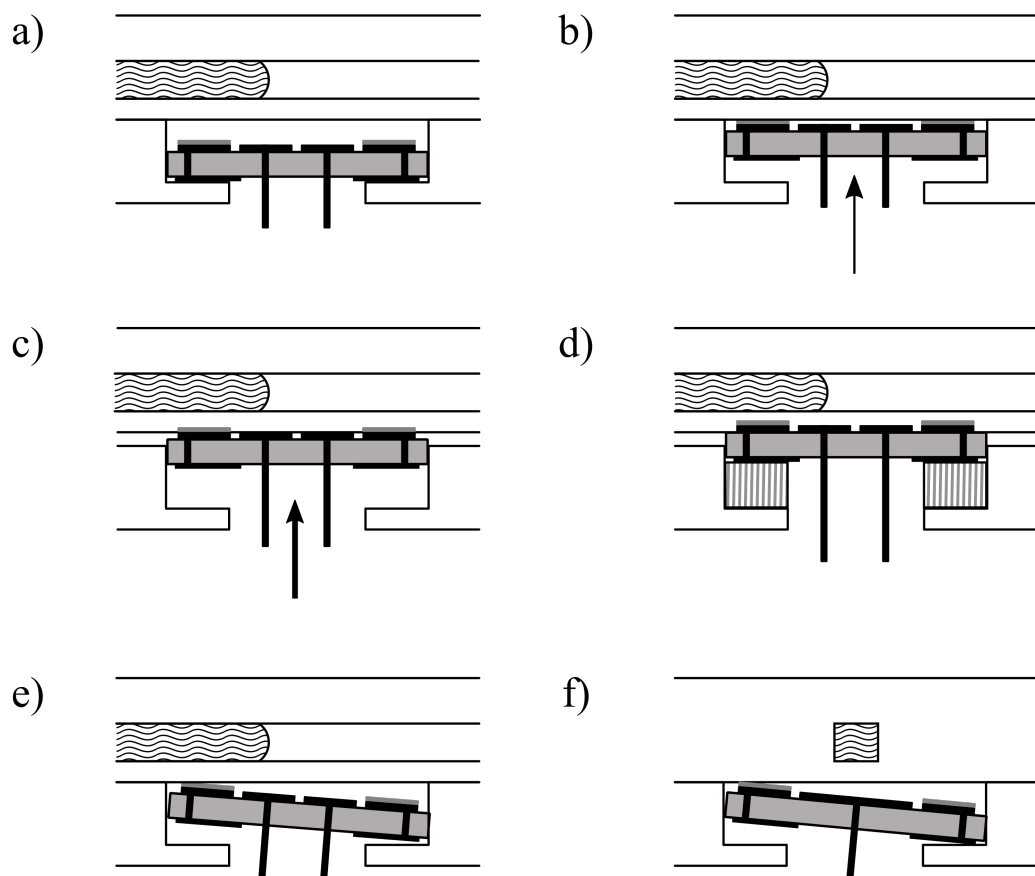
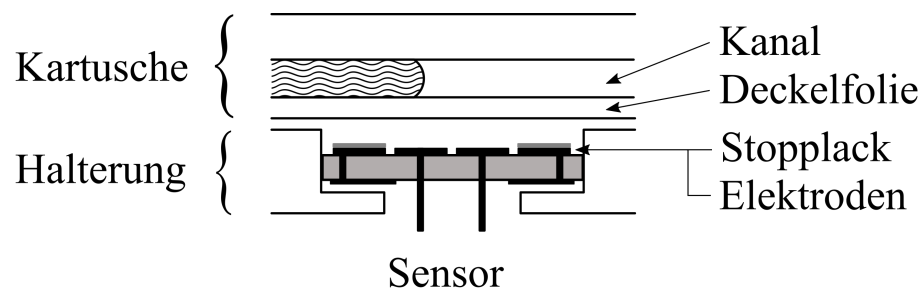


Abbildung 7.26.: Abgebildet sind Skizzen der verschiedenen Positionen des MPS in der Halterung. In a) bis d) variiert der Abstand zur mikrofluidischen Kartusche (z-Achse): a) Der MPS liegt am Boden der Halterung mit einem Abstand zur Kartusche von $350\mu m$. b) Der Sensor liegt bündig zur oberen Kante der Halterung, der Abstand zur Kartusche beträgt $10\mu m$. c) Der MPS wird durch die Kartusche in die Halterung gedrückt und prägt sich leicht in die Deckelfolie ein. d) Der MPS ist unterfüttert, sodass sich seine Elektrodenstruktur vollständig in die weiche Deckelfolie einprägt und quasi keine Luftspalte bleiben. In den Skizzen e) und f) ist der MPS entlang der x- bzw. y-Achse verkippt. Es lässt sich ein maximaler Verkipfung von $1,5^\circ$ erreichen, was einem mittleren Abstand von Sensor zu Kartusche von $130\mu m$ ergibt.

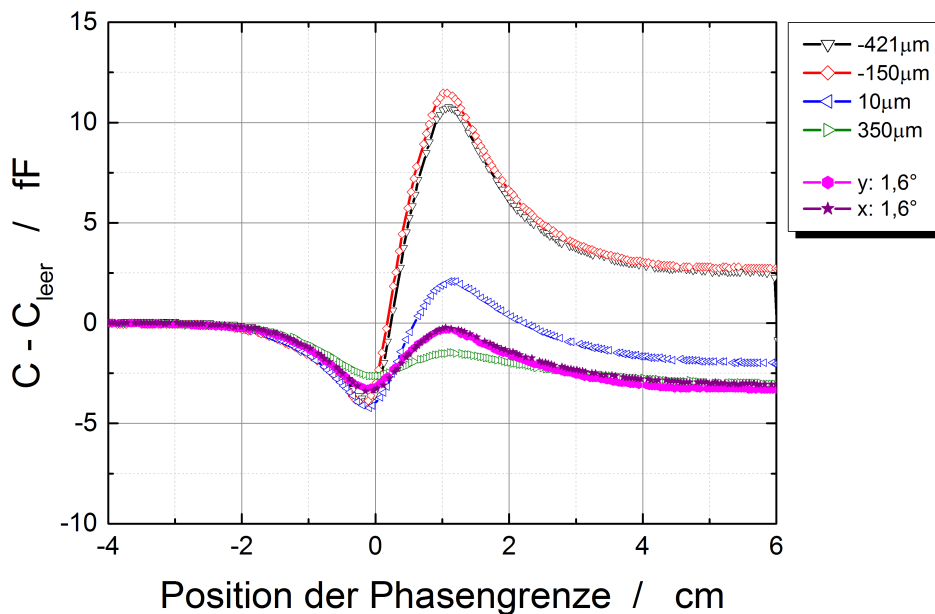


Abbildung 7.27.: Abgebildet sind die um die Leerkapazität bereinigten Signalverläufe eines MPS mit $300\,\mu\text{m}$ Elektrodenabstand gegen die Position der Phasengrenze. Bei den ersten vier Verläufen wurde der Abstand zur mikrofluidischen Kartusche (z-Achse) verändert. Die Positionen wurden von der Haltetasche des Sensors ausgehend von einem Überstand von $300\,\mu\text{m}$ bis zu einem Luftspalt von ca. $300\,\mu\text{m}$ am Grund der Haltetasche variiert. Die zwei weiteren Messungen zeigen das Signal bei Verkippung des Sensors um die x- und y-Achse.

Tabelle 7.2.: Leerkapazität der Messungen mit unterschiedlichen Abständen zwischen dem MPS und der Kartusche. Negative Abstände beschreiben hier die Höhe, die der MPS über die Halterung hinausragt; dadurch wird der Sensor gegen die Kartusche gepresst und je weiter er aus der Halterung ragt, desto mehr prägt sich die Elektrodenstruktur in die weiche Deckelfolie ein und weniger Luftspalte entstehen.

Abstand [μm]	-421	-150	35	350	1,6°
C_{leer} [fF]	156,2	162,1	155,7	149,2	151,0

Messungen

In Abbildung 7.27 sind Messungen eines Sensors der zweiten Generation mit $300\,\mu\text{m}$ Elektrodenabstand dargestellt. Enthalten sind Signalverläufe für die vier verschiedenen Lagen des Sensors und zwei Verkippungen senkrecht und parallel zum Fluss. Für den einfacheren Vergleich der Daten sind die Kapazitäten als Differenz zur jeweiligen Leerkapazität aufgetragen. Auf der x-Achse ist die Position der Phasengrenze aufgetragen. Die Werte der Leerkapazitäten sind in Tabelle 7.2 aufgeführt.

Betrachtet man die gemessenen Kapazitätsverläufe erkennt man, dass zwischen dem Signal aus der Messung mit an die Kartusche geschobenem Sensor $-150\,\mu\text{m}$ und unterfüttertem Sensor $-420\,\mu\text{m}$ kein Unterschied im Signalverlauf sichtbar ist. Es werden die gleichen kapazitiven Unterschiede zwischen Leer- und Vollkapazität erreicht und auch der Anstieg zwischen den Extrema fällt gleich aus.

Für größere Abstände zwischen Sensor und Kartusche zeigen sich Veränderungen im Signal. Für den bündig mit der Halterung abschließenden Sensor sinkt das Signal genauso stark ab, auf das Minimum. Der Anstieg zum Maximum hingegen fällt geringer aus. Zudem liegt die Vollkapazität unter der Leerkapazität.

Befindet sich der Sensor am Boden der Halterung ($350\,\mu\text{m}$), wird der kleinste Signalhub gemessen. Das Signal sinkt um einen kleineren Betrag auf das Minimum. Zudem liegt das Maximum unterhalb der Leerkapazität. Die Vollkapazität liegt ebenfalls darunter, auf Höhe des Minimums.

Für die Messungen unter einer Verkippung des Sensors zur Kartusche werden unabhängig von der Kippachse die gleichen Signale gemessen. Auffallend ist, dass die Differenz der Gleichgewichtskapazitäten zusammenfällt mit der Messung des Sensors mit größtem Abstand. Hingegen sind die Extrema stärker ausgeprägt. Die Kapazität sinkt um einen höheren Betrag auf das Minimum und reicht im Maximum an die Leerkapazität heran.

Diskussion

Genauso wie die Kapazität mit steigendem Abstand zur Kartusche sinkt, verhält sich auch der Signalhub, wenn die Flüssigkeit in den Detektionsbereich tritt. Das Maximum fällt umso kleiner aus, je weiter der Sensor von der Kartusche entfernt ist. Mit dem Abstand steigt der Luftspalt zwischen dem Sensor und der Kartusche. Es verläuft daher mehr Feld durch Luft als durch die Kartusche. Da Luft eine geringere Permittivität als das Kartuschenmaterial besitzt, sinkt die gemessene Kapazität. Diese Umverteilung des Feldes in einen Raum niedrigerer Permittivität führt auch dazu, dass die Vollkapazität unter die Leerkapazität sinkt. Der Feldanteil, der bei großem Abstand zwischen MPS und Kartusche durch die Flüssigkeit verläuft, koppelt vermehrt über die Messelektrode in die Schirmelektrode ein - aus dem gleichen Grund, zeigt sich auch bei MPS mit schmalerelektroden als $1\,\text{mm}$ eine kleinere Vollkapazität als Leerkapazität (Kapitel 7.1.1).

Es fällt auf, dass unabhängig von der Kippachse das gleiche Signal gemessen wird. Geometrisch ist dies plausibel und in Abbildung 7.28 dargestellt.

Betrachtet wird zunächst der in Richtung des Kanals gekippte Sensor (Abb. 7.28 a). In der Abbildung sieht man, dass durch die Kippung der Schirm-Elektroden Kondensator

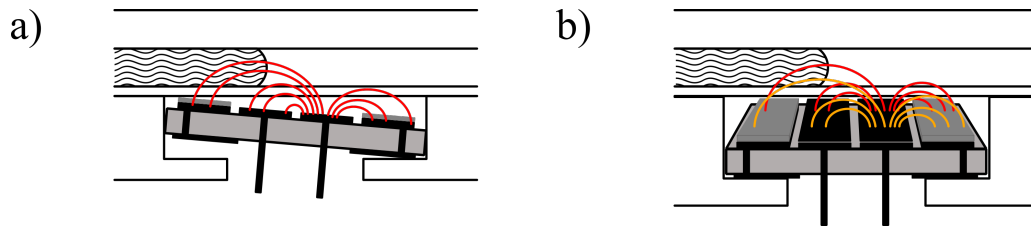


Abbildung 7.28.: Skizze des Feldverlaufes durch den Kanal bei Kippung des MPS um die x- und y-Achse. Die Skizzen zeigen, dass unabhängig von der Achse der Verkippung, das Feld durch die Flüssigkeit stärker in die Schirmung koppelt, als in die Messelektrode. Dadurch entsteht bei beiden Verkippungen der gleiche Signalverlauf.

begünstigt wird. Die ankommende Flüssigkeit wird zunächst von Feld durchdrungen das in die Schirmung koppelt. Aufgrund der Verkippung, koppelt bei weiterem Voranfließen nur ein kleiner Teil des Feldes durch die Flüssigkeit in die Empfängerelektrode.

In Abbildung 7.28 b ist der Sensor senkrecht zum Kanal gekippt. In der Skizze ist das Feld an zwei Stellen längs der Elektroden eingezeichnet. In der hinteren Feldverteilung verläuft mehr Feld durch die Flüssigkeit in die Empfängerelektrode. Durch die Kippung liegt der vordere Bereich der Elektroden tiefer und mehr Feld koppelt durch die Flüssigkeit in die Schirmung.

Trotz verschiedener Ausrichtungen der Verkippung ergibt sich im Signal der gleiche Verlauf, da für die gleiche Position der Phasengrenze an verschiedenen Stellen die gleiche Felddichte in die Empfängerelektrode einkoppelt. Auch in der Position der Extrema unterscheiden sich beide Kippungen nicht.

In Abbildung 7.29 sind die Positionen von Minimum und Maximum gegen den Abstand des Sensors aufgetragen. In der Abbildung sind zwei Graphen zu sehen. Um die Regelmäßigkeit zu bestätigen, sind sowohl Messungen an einem MPS mit $300\mu m$ Elektrodenabstand, als auch mit $600\mu m$ Elektrodenabstand abgebildet. Die Positionswerte der Extrema wurden jeweils anhand mehrerer Messungen mit gleichem Abstand zwischen MPS und Kartusche bestimmt. Abbildung 7.29a) zeigt daher pro Datenpunkt die Mittelwerte der Extremapositionen des 300er Sensors und 7.29b) stellt die Positionen aus Messungen an dem 600er Sensor dar. In beiden Graphen ist die Referenzposition aus der Simulation mit idealer Kontaktierung zwischen Sensor und Kartusche als gestrichelte Linie eingezeichnet. Für beide Elektrodenabstände des MPS zeigt sich in den Graphen die gleiche Abhängigkeit vom Abstand zwischen Sensor und Kartusche. Der Einfluss auf Maximum und Minimum wird im folgenden einzeln betrachtet.

Zunächst werden die Positionen der Maxima betrachtet. Beide Graphen zeigen hier das gleiche Verhalten. Die gemessenen Positionen liegen, im Rahmen des Fehlers, auf dem aus der Simulation berechneten Wert (gestrichelte Referenzlinie). Es zeigen sich leichte Schwankungen um den idealen Positionswert, die allerdings im Rahmen der Messunsicherheit liegen. Es zeigt sich also, dass die Position des Maximums unabhängig von der Lage des Sensors in der verwendeten Halterung ist. Das Maximum zeigt eine hohe Toleranz gegenüber Unterschieden im Abstand zwischen MPS und Kartusche.

Ein anderes Verhalten zeigt sich in der Position des Minimums. Betrachtet wird zunächst der Graph in Abbildung 7.29 a). Die Werte des Sensors mit $300\mu m$ Elektrodenabstand verlaufen nur dann auf dem simulierten Wert, wenn der Sensor über die

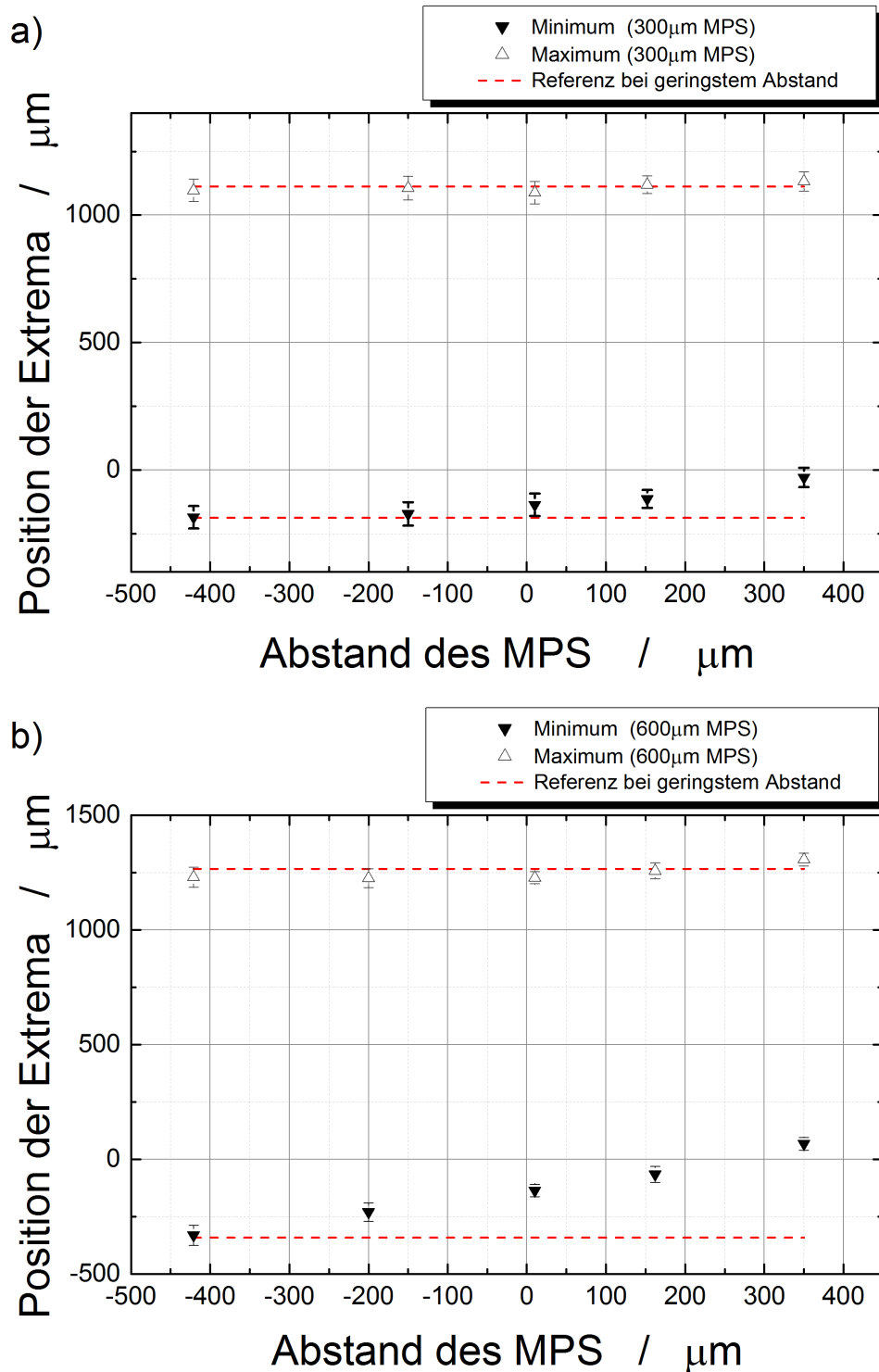


Abbildung 7.29.: Dargestellt ist das Positionsverhalten von Minimum und Maximum bei unterschiedlichen Abständen zwischen MPS und Kartusche. Graph a) zeigt die Positionswerte gemessen mit einem MPS mit 300 μm Elektrodenabstand. Jeder Positionswert wurde als Mittelwert von min. 3 Messungen bestimmt. Graph b) zeigt analog die Positionswerte für einen MPS mit 600 μm . Beide Graphen zeigen qualitativ den gleichen Einfluss des Abstands auf die Extremaposition. Bei dem 600 μm fällt der Einfluss stärker aus, als bei 300 μm Elektrodenabstand.

Halterung hinaus ragt und damit leicht in die Deckelfolie gedrückt wird. Sobald ein größerer Luftspalt zwischen Sensor und Kartusche existiert weichen die Positionen von dem simulierten Idealwert ab. Sie liegen in diesem Fall näher an der Sensormitte. Deutlicher wird dieses Verhalten bei der Messung an dem Sensor mit $600\,\mu\text{m}$ Elektrodenabstand (Abb. 7.29b). Hier stimmt die Position aus Messung und Simulation einzig für den unterfütterten Sensor überein. Bei dieser Montage des MPS unter dem Kanal wird der Sensor während der Messung gegen die Kartusche gedrückt, sodass die gesamte Elektrodenstruktur in die weiche Deckelfolie gedrückt wird. Es kann davon ausgegangen werden, dass kein Luftspalt zwischen MPS und Sensor existiert.

Das Minimum reagiert wesentlich sensibler auf einen Abstand zwischen Kanal und MPS als das Maximum. Auch zeigt sich, dass der MPS mit kleinerem Elektrodenabstand eine größere Toleranz gegenüber Abstandsänderungen zeigt. Der MPS kann daher auch in Situationen eingesetzt werden, wenn mit größeren Schwankungen in der z-Ausrichtung der Kartusche zu rechnen ist. In einem solchen Fall kann die Position der Flüssigkeitsfront auch präzise über das Maximum detektiert werden.

Die Messung bestätigt, dass die Simulation den Signalverlauf für einen idealen Kontakt zwischen Sensor und Kartusche darstellt. Darüber hinaus zeigt der Graph, dass dieser Zustand auch experimentell gut hergestellt werden kann, indem der Sensor von unten an den Kanal gedrückt wird, sodass er sich in die Deckelfolie einprägt. Dadurch wird die Positionsbestimmung des Minimums verbessert, da sie mit der Kante der Elektrode zusammen fällt.

In der Abbildung sieht man auch, dass für größere Luftspalte zwischen Sensor und Kartusche die Position des Minimums weiter Richtung Sensormitte verlegt wird. Als Ursache gilt wieder das Einkoppelverhalten der beiden Kondensatoren des Sensors. Wenn der Sensor weiter vom Kanal entfernt liegt, koppeln nur Teile des Feldes durch die Flüssigkeit ein. Durch die elliptische Form der Feldausbreitung trifft das Feld unter sehr kleinem Winkel auf die Phasengrenze auf und wird als Resultat daraus nur wenig abgelenkt. Je weiter die Phasengrenze Richtung Sensormitte, also zwischen die Elektroden wandert, desto steiler wird der Auftreffwinkel des Feldes. Dadurch wird auch die Ablenkung stärker und das Feld koppelt erst bei dieser Position der Phasengrenze über die Empfängerelektrode in die Schirmung ein.

7.3.3 Einfluss der Dicke der Deckelfolie

In der vorherigen Diskussion zur Lage des Sensors in der verwendeten Halterung wurde eine Abhängigkeit des Signals vom Abstand zwischen Sensor und Kartusche gezeigt. Der Abstand lässt sich auch durch die verwendete Deckelfolie beeinflussen. Im folgenden wird daher das Signal- und Positionsverhalten des Sensors bei Veränderung der Dicke der Deckelfolie untersucht. Da nur eine Deckelfolie zur Verfügung stand, wurden mehrere Folien übereinander gelegt, um die Dicke zu verändern. Gemessen wurde mit einem Sensor der zweiten Generation und $600\,\mu\text{m}$ Elektrodenabstand.

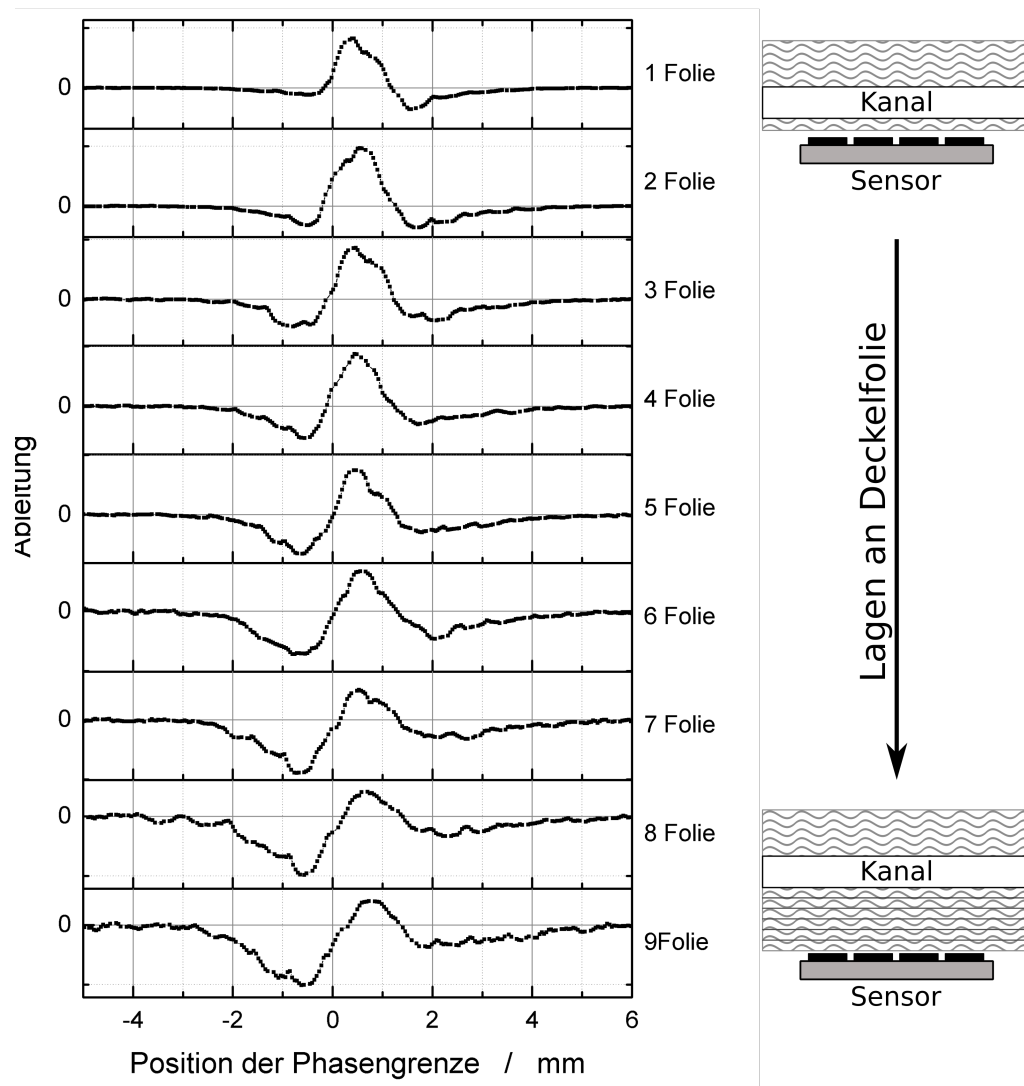


Abbildung 7.30.: Links: Die untereinander angeordneten Graphen zeigen das Verhalten der Ableitung des Signals für eine steigende Anzahl Deckelfolien zwischen Sensor und Kanal. Die Daten wurden mit einem MPS mit $600\mu m$ aufgenommen. Die Daten sind gegen die Position der Phasengrenze aufgetragen. Rechts: zwei Skizzen zeigen die Vergrößerung des Abstands des MPS zum Kanal durch die geschichteten Deckelfolien.

Messungen

Die Abbildung 7.30 zeigt die Ableitungen gemessener Signale bei unterschiedlichen Schichtdicken der Deckelfolie. Die Anzahl der Deckelfolien steigt von oben nach unten. Es werden Messungen bis zu einer Anzahl von 9 Folien gezeigt. Durchgeführt wurden Messungen bis 15 Folienlagen. Ab der zehnten Folie sind die Extrema im Signal nicht mehr mit dem Auge auswertbar. Die Auswertesoftware ist noch bis zu zwölf Folien in der Lage eine eindeutige Position von Minimum und Maximum aus dem Signal zu gewinnen. Daneben ist eine Skizze abgebildet die den Kanal und Sensor in Seitenansicht zeigt. Korrespondierend zu den Graphen zeigt die Abbildung die Zunahme der Anzahl der Deckelfolien.

In der Abbildung sieht man einen besonders deutlichen Einfluss der Anzahl der Folien auf die Ausprägung des Minimums in der Ableitung. Je tiefer das Minimum in der Ableitung liegt, desto steiler ist das Messsignal an dieser Stelle. Je größer die Steigung nun ist, desto ausgeprägter fällt das Minimum des Signalverlaufes aus und damit steigt der Kontrast im Signal. Ausgehend von der Nulllinie in den Graphen betrachtet, nimmt die Höhe des Maximum mit zunehmender Anzahl an Deckelfolien ab. Dies bedeutet, dass im Signalverlauf der Kapazitätsanstieg Δ_{peak} flacher wird, und die maximale Kapazität kleiner wird. Das Signal verhält sich ähnlich dem im vorherigen Kapitel 7.3.2 beschriebenen Signale. Je weiter der Sensor vom Kanal entfernt liegt, ob durch einen Luftspalt oder eine dickere Schicht Folien, desto kleiner fällt der Anstieg zwischen den Extrema aus. Anders als bei einem Luftspalt, wird im Falle der Deckelfolie das Minimum umso tiefer, je mehr Folien verwendet werden.

Die differenzierten Signale zeigen auch, dass unabhängig von der Veränderung in den Kapazitätsanstiegen die Positionsinformation erhalten bleibt. Zudem ist sie eindeutig auswertbar. Vergleicht man die untereinander dargestellten Verläufe fällt allerdings auf, dass sich mit zunehmender Anzahl an Folien die Position der Extrema verschiebt.

Diskussion

In Abbildung 7.31 sind zur Verdeutlichung die Positionen der Extrema gegen die Zahl der Folien aufgetragen. Durch die Messpunkte verläuft jeweils eine Ausgleichsgerade um den Trend deutlicher zu zeigen.

Zunächst wird das Verhalten des Maximums betrachtet. Bis zu einem Abstand von 4 Folien zeigt sich kein signifikanter Einfluss des Abstands auf die Position des Minimums. Erst bei mehr als 4 Folien zwischen Kanal und MPS beginnt sich die Position des Maximums zu verschieben. Es bewegt sich dabei weg von der Sensormitte zu höheren Positionswerten.

Dies stellt einen größeren Abstand dar, als im vorherigen Kapitel 7.3.2 betrachtet wurde; hier zeigte sich kein Einfluss auf die Position des Maximums bei Veränderung der Luftspaltgröße zwischen Sensor und Kanal von bis zu $350\mu m$. Die 4 Deckelfolien entsprechen einem Abstand von $400\mu m$ bis $440\mu m$ bei einer Foliendicke von $110\mu m$ pro Folie inklusive Klebeschicht. Das hier gezeigte Ergebnis stellt daher keinen Widerspruch zu den im vorherigen Kapitel diskutierten Messungen dar.

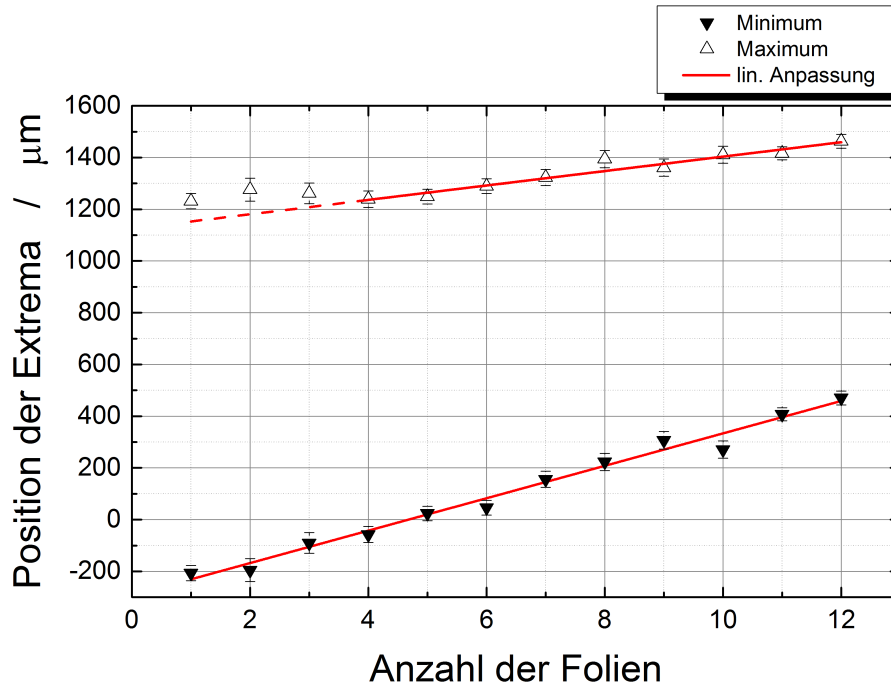


Abbildung 7.31.: Die Abbildung zeigt die Positionen der Extrema gegen die Anzahl an Folien zwischen Kanal und Sensor. Durch die Messpunkte verläuft eine Ausgleichsgerade. Die Position des Minimum wird wesentlich stärker von der Zahl der Folienschichten beeinflusst als das Maximum.

Betrachtet man das Verhalten des Minimums, so sieht man im Graphen, dass sich die Position über die Sensormitte hinaus verschiebt. Der Einfluss der Anzahl von Deckelfolien ist hier größer als bei dem Maximum. Die Position schiebt sich schneller Richtung Sensormitte und ab 5 Folien liegt die Position hinter der Sensormitte bei positiven Positionswerten. Es fällt auf, dass die Messpunkte sehr wenig um die Ausgleichsgerade streuen. Die Positionsmessung zeigt eine hohe Genauigkeit.

Diese Messung zeigt, dass für Deckelfolie bis zu einer Dicken von $1,3\text{ mm}$ der gleiche Sensor verwendet werden kann. Ist die Foliendicke bekannt, kann die Positionsauswertung durch das lineare Verhalten auf die verwendete Foliendicke angepasst werden. Erst ab einer Dicke von über 1 mm ist die Verwendung eines Sensors mit angepasstem Elektrodenabstand nötig, um eine Genauigkeit der Positionsbestimmung von $\pm 40\text{ }\mu\text{m}$ zu garantieren.

Wie in Kapitel 7.1.1 gezeigt, wird durch den Abstand der Elektroden der Feldanteil beeinflusst, der durch die Flüssigkeit in die Messelektrode koppelt. Dies liegt daran, dass bei weiter auseinander stehende Elektroden das Feld einen größeren Radius besitzt. Sitzt der MPS nun weiter vom Kanal entfernt, durch eine dickere Deckelfolie, so koppelt durch den größeren Radius wieder mehr Feld durch die Flüssigkeit. Dies wirkt der Abnahme der Kapazität durch den Abstand entgegen, was eine deutlichere Ausprägung der Extrema zur Folge hat.

7.3.4 Zusammenfassung

Neben den Eigenschaften der Flüssigkeit und der Geometrie des Sensors wurde auch die Ausrichtung des Sensors zum Kanal betrachtet. Abweichungen entstehen hier durch Toleranzen bei der Herstellung der Kartusche und ihrem Einbau in die Analyseeinheit.

Eine Verschiebung des Kanals senkrecht zu den Elektroden hat keine Auswirkungen auf das Messsignal, solange der Kanal vollständig über den Elektroden liegt. Um auch die Flussrate mit gleichbleibender Genauigkeit bestimmen zu können, müssen die Elektroden maximal $0,5\text{ mm}$ länger sein, als die Verschiebung des Kanals durch Einbautoleranzen. Dadurch liegt der Kanal nicht direkt an der Elektrodenkante und die Position der Extrema verändert sich nicht.

Es gibt zwei unterschiedliche Ursachen, die zu einem Abstand zwischen Sensor und Kartusche führen können. Ein Luftspalt kann durch Montagetoleranzen entstehen. Wird der Sensor mit leichtem Druck gegen die Kartusche gedrückt, sodass sich kein Luftspalt bilden kann, wird eine optimale Einkopplung des Sensorsignals durch die Flüssigkeit erreicht. Das so gemessene Signal zeigt sowohl im Signalhub, als auch in der Position der Extrema den aus den Simulationen erhaltenen Signalverlauf.

Ein größerer Abstand zwischen Sensor und Kartusche kann in einer fertigen Analyseeinheit z.B. durch Schwankungen in der Fabrikation der Deckelfolie entstehen. Die Messungen mit unterschiedlichen Kanalwanddicken haben gezeigt, dass der verwendete MPS mit $600\text{ }\mu\text{m}$ Elektrodenabstand bis zu einem Abstand von 1 mm zuverlässige Ergebnisse liefert. Dies deckt Fabrikationsabweichungen der Folie bei weitem ab. Im Bereich dieser Abstandsabweichung sind die Positionen der Extrema konstant und die Flussrate kann ohne Genauigkeitsverluste bestimmt werden.

Wird in einer Analyseeinheit eine Kartusche mit dickeren Kanalwänden verwendet, kann der MPS durch Vergrößern des Elektrodenabstands daran angepasst werden. Die Position der Extrema hängt linear vom Abstand ab, und zeichnet sich durch eine geringe Streuung aus. Ist die Kanalwanddicke bekannt, kann mit einem Korrekturterm die Flussrate weiterhin bestimmt werden.



8 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein kapazitiver Sensor zur Detektion von Flüssigkeitsäulen entwickelt. Anwendung findet der Moving Plug Sensor (MPS) bei der Überwachung und Regelung von fluidischen Prozessen in mikrofluidischen Systemen. Der MPS detektiert die vorbeifließende Phasengrenze zweier Stoffe im Mikrokanal durch den Unterschied der Permittivität und Leitfähigkeit beider Medien. Dies geschieht über ein System aus drei kapazitiv gekoppelten Elektroden. Der MPS besitzt zwei rechteckige Messelektroden die von einer dritten Elektrode, der Schirmelektrode, eingerahmt werden. Von konventionellen kapazitiven Füllstandssensoren hebt sich der MPS durch diese, die Messelektroden einrahmende, Schirmelektrode ab.

Das Messsignal des MPS wird maßgeblich von der Schirmelektrode beeinflusst. Der Signalverlauf des MPS zeigt zwei charakteristische Extrema, wenn eine Flüssigkeitsfront über den Sensor fließt. Die Extrema entstehen durch eine Umverteilung des elektrischen Feldes zwischen der Empfängerelektrode und der Schirmelektrode. In Abhängigkeit der Position der Phasengrenze verlagert sich das Feld von der Empfängerelektrode auf die Schirmelektrode. Dadurch lassen sich den Extrema präzise Positionen der Phasengrenze im Kanal zuordnen. Bei dem in dieser Arbeit verwendeten experimentellen Aufbau mit einem Kanalquerschnitt von 1 mm und einer Flussrate von $0,01\text{ ml/s}$ kann die Position der Phasengrenze auf $\pm 41\text{ }\mu\text{m}$ genau bestimmt werden. Die zwei Extrema im Signalverlauf liefern zwei zeitlich getrennte Ortsinformationen und der MPS kann neben der reinen Positionsdetektion auch verwendet werden, um die Transportgeschwindigkeit der Phasengrenze zu berechnen.

Simulationen zum Kapazitätsverhalten des MPS zeigen eine gute qualitative Übereinstimmung. Ursache der quantitativen Unterschiede liegen in den für die Modellierung notwendigen Vereinfachungen der Geometrie und Oberflächenbeschaffenheit. Abweichungen in der Leerkapazität entstehen durch die in der Simulation größer ausfallende rückseitige Schirmfläche. Diese zieht mehr Feld ab, das beim realen MPS mit komplex strukturierter Schirmfläche in die Empfängerelektrode koppelt. Dadurch wird eine um 20% kleinere Leerkapazität berechnet. Grund für Abweichungen im Kapazitätshub bei vorbeifließender Phasengrenze und der Position der Extrema liegen an Oberflächenrauigkeiten und minimalen Abständen zwischen Sensor und Kartusche. Durch lokale Feldverdrängung koppelt das Feld des realen MPS schwächer in die Empfängerelektrode ein.

Die Einkopplung lässt sich durch Ausrichtung des Sensors zur mikrofluidischen Kartusche optimieren. Wird der Sensor mit leichtem Druck gegen die Kartusche gedrückt, so dass sich kein Luftspalt bilden kann, wird eine optimale Einkopplung des Sensorsignals durch die Flüssigkeit erreicht. Das so gemessene Signal zeigt sowohl im Signalhub, als auch in der Position der Extrema den aus den Simulationen erhaltenen Signalverlauf. Der MPS ist darüber hinaus unempfindlich gegenüber Abweichungen in der Ausrichtung zum Kanal. So hat eine Verschiebung des Kanals senkrecht zu den Elektroden keine Auswirkung auf das Messsignal, solange die Elektroden bis zu $0,25\text{ mm}$ über den

Kanal hinausragen. Dadurch liegt der Kanal nicht direkt an der Elektrodenkante und die Position der Extrema verändert sich nicht.

Auch über die Geometrie der Elektroden lässt sich das Messsignal des MPS an die mikrofluidische Kartusche anpassen. Zum einen lässt sich über den Abstand der Schirmelektrode zu den zwei Messelektroden die Position der für den MPS charakteristischen Extrema beeinflussen. Für einen Abstand von $250\ \mu\text{m}$ treten die Extrema auf, wenn die Fluidfront über den Kanten der Elektroden liegt. Diese Zuordnung erleichtert die präzise und einfache Ausrichtung des Sensors unter dem Kanal. Zum anderen bestimmen sowohl die Breite der Elektroden, als auch ihr Abstand zueinander die Reichweite des Feldes. So haben schmale, nahe beieinander liegende Elektroden ihren sensitiven Bereich knapp über der Sensoroberfläche. Damit ist ein solcher MPS optimal für einen nah am Sensor liegenden Kanal mit dünner Deckelfolie. Für den Einsatz an Kartuschen mit dickerer Deckelfolie ist ein MPS mit breiteren Elektroden und größerem Elektrodenabstand zu empfehlen. Durch die Kombination von MPS mit unterschiedlichen Reichweiten wird es sogar möglich, übereinander liegende Kanäle getrennt zu betrachten.

Gegenüber kleinen Schwankungen der Deckfoliendicke ist das Messsignal unabhängig. Der in dieser Arbeit verwendete MPS mit $600\ \mu\text{m}$ Elektrodenabstand zeigt für Foliendicken von $100\ \mu\text{m}$ bis $1000\ \mu\text{m}$ ein zuverlässiges Ergebnis. Damit sind typische Fabrikationsabweichungen der Folie bei weitem abgedeckt. Im Bereich dieser Abstandsabweichung sind die Positionen der Extrema konstant und die Flussrate kann ohne Genauigkeitsverluste bestimmt werden.

Der MPS detektiert die Phasengrenze im mikrofluidischen Kanal über die Änderung der elektrischen Materialeigenschaften der zwei Stoffe. Es können sowohl Flüssigkeiten unterschiedlicher Permittivität eingesetzt werden, als auch schwach leitfähige Flüssigkeiten, wie sie in biologischen Analysen verwendet werden. Dabei haben die Permittivität und die Leitfähigkeit unterschiedliche Auswirkung auf das Sensorsignal.

Die Permittivität ist die Eigenschaft, die sich der MPS zu nutzen macht. Sie beeinflusst maßgeblich die Ausprägung der Signalcharakteristik und die Kapazitätshöhe. Je kleiner die Permittivität ist, desto schwächer ausgeprägt sind die Extrema. In den Messungen konnte jedoch gezeigt werden, dass der MPS für die einfache Positionsmessung auch für sehr schwach permittive Flüssigkeiten wie Öl, mit $\epsilon_r = 2$, eingesetzt werden kann. Für eine präzise Positionsbestimmung ist es notwendig die Permittivität zu kennen, da sich die Lage von Minimum und Maximum unterschiedlich von der Permittivität verändern. Ein anderes Verhalten zeigt hier die Leitfähigkeit. Sie beeinflusst hauptsächlich die Gleichgewichtskapazitäten des vollständig leeren oder gefüllten Kanals. Die Extrema des Signals werden in ihrer Ausprägung nicht von der Leitfähigkeit beeinflusst. Auch verändert sich ihre Position in gleichem Maße, sodass der Abstand der Extrema nahezu konstant bleibt. Die Bestimmung der Flussrate ist damit unabhängig von der Leitfähigkeit der Flüssigkeit.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde der MPS entwickelt und charakterisiert. Es wurden sowohl Geometrieparameter, als auch die Lage des Sensors zum Kanal und die elektrischen Materialeigenschaften der Flüssigkeit auf ihren Einfluss auf das Messsignal untersucht. Darauf aufbauend ergeben sich weitere interessante Anwendungen und Parameter für kommende Studien.

Die Messungen wurde bisher bei einer mittleren Flussrate durchgeführt. Da in Analyseeinheiten auch höhere Flussraten eingesetzt werden, ist der Einfluss auf die Präzision der Positionsbestimmung von Interesse.

Neben dem Prozessieren von Flüssigkeitssäulen in mikrofluidischen Analysegeräten wird zunehmend mit Tropfen kleinsten Volumens gearbeitet. Denkbar ist auch hier der Einsatz des MPS. Wichtige Parameter für eine zuverlässige Tropfenerkennung sind dabei zum einen die minimale Länge eines Tropfens. Zum anderen der minimale Abstand zweier aufeinanderfolgender Tropfen für den die Tropfen vom Sensor noch einzeln wahrgenommen werden. Neben dem sehr kleinen Volumen zeichnet sich die Tropfenfluidik auch dadurch aus, dass hier flüssig/flüssig Phasengrenzen vorliegen. Die Tropfen sind in eine weitere Flüssigkeit eingebettet, besitzen jedoch stabile Phasengrenzen. Daher kann davon ausgegangen werden, dass der MPS auch die flüssig/flüssig Phasengrenzen detektieren kann, wenn eine Permittivitätsdifferenz vorliegt. Eine weitere Betrachtung wäre jedoch für instabilere flüssig/flüssig Phasengrenzen interessant.

In dieser Arbeit lag der Fokus auf den elektrischen Materialeigenschaften der Flüssigkeit. Die Viskosität ist eine weitere interessante Materialeigenschaft. Mit zunehmender Viskosität ändert sich das Benetzungsverhalten der Kanalwände. Hier kann analysiert werden, wie stark die Benetzung ausfallen kann, ohne die Zuverlässigkeit der Phasengrenzendetektion zu beeinflussen.



Appendix



A Fehlerquellen

Im Rahmen der Messungen und Simulationen sind einige bereits angesprochene Fehlerquellen zu berücksichtigen. Diese können zum einen zu Abweichung zwischen Messungen unter an sich gleichen Bedingungen führen. Zum anderen können dadurch auch Unterschiede in den Ergebnissen aus Simulationen und Messungen erklärt werden.

Im Folgenden wird daher zunächst auf Messungenauigkeiten der Kapazität durch das verwendete Messinstrument, das Novocontrol Impedanzspektrometer, eingegangen. Im Anschluss wird die Messunsicherheit der Phasengrenze aus der optischen Referenzmessung berechnet. Als dritte Fehlerquelle werden die in den Simulationen gewählten Parameter und ihr Einfluss auf das Ergebnis der Simulationen beschrieben.

A.1 Genauigkeit des Messaufbaus

Das verwendete Impedanzspektrometer von Novocontrol ist zur Impedanzmessung mit speziellen, vom Hersteller beziehbaren, Messzellen vorgesehen. Die mitgelieferte Messsoftware ermöglicht einige Einstellungen speziell für die Geometrie dieser Messzellen. Es können entweder Plattenabstand und Plattenradius der runden Messelektroden angegeben werden, oder die Anzahl der Interdigitalelektrodenfinger. Die Software bietet darüber hinaus auch die Möglichkeit das Impedanzspektrometer mit mitgelieferten Kalibrierschaltkreisen zu kalibrieren. In den Messungen werden dann durch die Software automatisch Korrekturberechnungen für die spezielle Elektrodengeometrie und Kalibrierung durchgeführt. Nicht alle dieser Korrekturrechnungen können in der mitgelieferten Software deaktiviert werden. Besonders die stark eingeschränkten Anpassungen der Elektrodengeometrie sind für den MPS nicht anwendbar und führen zu einer Verfälschung der Rohdaten. Um die integrierten Korrekturrechnungen zu umgehen, wurde im Rahmen dieser Arbeit eine eigene Steuersoftware für das Impedanzspektrometer erstellt. Diese ermöglicht es, das unbearbeitete Messsignal aufzuzeichnen.

Um beurteilen zu können, wie gut diese Rohdaten die Kapazität des MPS angeben, müssen weitere Betrachtungen erfolgen. Der MPS wird über Adapterkabel mit den Kabeln des Spektrometers verbunden. Nur die mitgelieferten Kabel können durch die Kalibrierschaltkreise aus den Rohdaten subtrahiert werden. Daher ist hier mit einem Effekt auf die Kapazität zu rechnen.

Zur Bestimmung des Einfluss auf das Messsignal, wurden die Daten mit Messungen an einem Referenzkondensator verglichen. Zunächst wurden Messungen an einem Plattenkondensator mit ähnlichem Aufbau zum MPS durchgeführt. Als Referenz dient ein 10 pF Kondensator. Die Messung mit dem Impedanzspektrometer und der eigens geschriebenen Messsoftware liefert eine Kapazität von $10,2e^{-12} \pm 3,7e^{-16}$ und liegt damit sehr präzise bei der Vorgabe des Referenzkondensators.

A.2 Genauigkeit der örtlichen Auflösung

Die Information über die räumliche Position der Fluidfront wird, wie in Kapitel 5.2.4 beschrieben, durch eine Kamera gewonnen. Diese zeichnet die Bewegung der Fluidfront auf. In der Auswertung wird aus dem optischen Signal die räumliche Position berechnet. Die Formel (Gl. 5.6) zur Transformation der Zeitachse in eine Ortsachse lautet

$$s(t) = \frac{G}{p_2 - p_1} \left((g_t \cdot t + b_t) - \frac{p_1 + p_2}{2} \right), \quad (\text{A.1})$$

dabei bezeichnet G den räumlichen Abstand der Elektroden, p_1 und p_2 sind die Pixelwerte der Referenzmarkierungen. Die Parameter g_t und b_t werden durch eine Regressionsgerade aus den optischen Messwerten gewonnen. Die Transformationsvorschrift ist also abhängig von mehreren Messgrößen, die jeweils einer gewissen Abweichung unterliegen. Der räumliche Abstand der Messelektroden unterliegt durch den Herstellungsprozess einer statistischen Abweichung ΔG . Eine weitere Unsicherheit Δt steckt in den gemessenen Zeitwerten t . Für jedes Paar aus optischem und kapazitivem Messwert wird ein Zeitwert gespeichert. Die Impedanzspektrometer-Software kann Operationen nur seriell ausführen. Daraus folgt, dass die Messung der Kapazität und des optischen Messwertes nicht gleichzeitig stattfinden. Die Software nimmt zuerst ein Bild mit der Kamera auf und direkt im Anschluss geht der Messbefehl an das Spektrometer. Erst danach wird das Kamerabild auf Frontbewegung hin analysiert. Dadurch wird die zeitliche Abweichung der beiden Messungen bestmöglich minimiert, es bleiben aber einige Millisekunden Unterschied bestehen. Dieser zeitliche Unterschied ist nicht gleich für alle Messpunkte. Er schwankt um einen Wert von $\pm 1 \text{ ms}$. Eine weitere Abweichung Δp_i steckt in den Referenzmarkierungen p_1 und p_2 . Sie werden von dem Nutzer auf dem Kamerabild positioniert. Dabei kann es zu Abweichungen um wenige Pixel kommen, durch ungenaues Setzen der Markierungen auf dem Bild. Eine weitere Unsicherheit liegt in den Parametern der Regressionsgerade. Die Ausgleichsgerade ist notwendig, da die optischen Messpunkte einer Streuung unterliegen. Die optischen Messwerte sind die Bildpixel, an denen sich gerade die Fluidfront befindet. Die Phasengrenze wird nicht durch eine gerade Front gebildet. Sie hat je nach Flusstärke und Oberflächenrauigkeit oder Vorbenetzung des Kanals eine mehr oder weniger stark gekrümmte Form. Die Bildverarbeitung erkennt, durch Licht und Schattenwürfe, meist nur einzelne Stellen dieser Front als bewegt. Der Messwert wird aus dem Mittelwert der bewegten Pixel in x-Richtung gebildet. Das führt dazu, dass die optischen Messpunkte entlang der x-Achse auf dem Meniskus streuen. In Abbildung A.1 ist eine Skizze des Meniskus mit optischem Messpunkt und Streuung dargestellt.

Für die Unsicherheit im Elektrodenabstand wird die vom Hersteller angegebene Unsicherheit von $0,1 \mu\text{m}$ übernommen. Der Fehler in den Zeitwerten wurde über einen einfachen Benchmark-Test aus der Software bestimmt. Der Zeitabstand zwischen Aufnahme des Kamerabildes und der kapazitiven Messung beträgt maximal 2 ms und schwankt um $\pm 1 \text{ ms}$. Die Referenzmarkierungen können bis auf $\pm 1 \text{ px}$ genau gesetzt werden. Der Fehler von Steigung m_t und Offset b_t kann aus der Kovarianz-Matrix der linearen

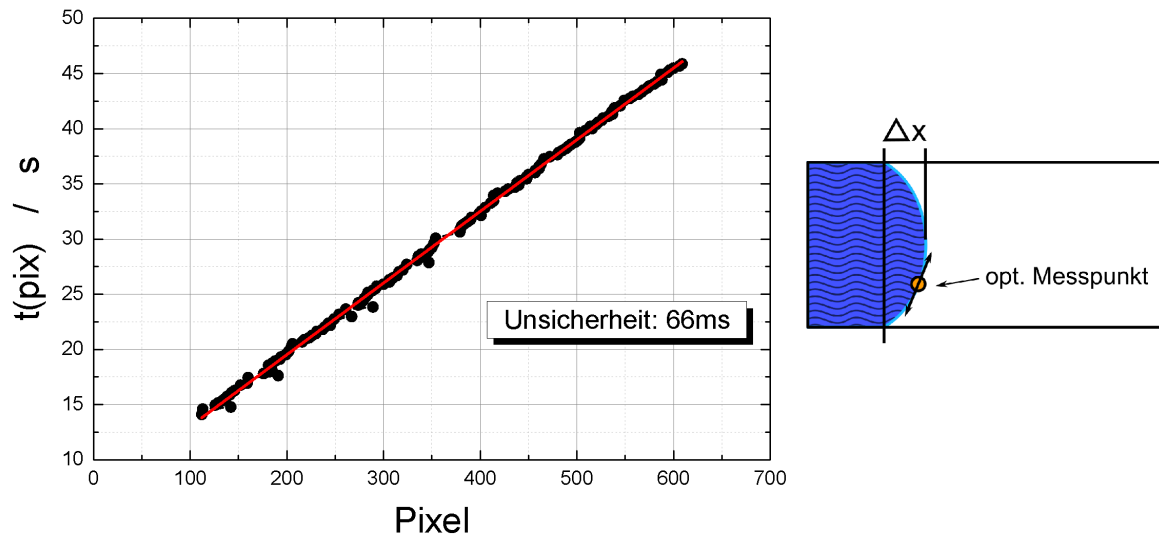


Abbildung A.1.: Der Graph links zeigt die Streuung der optischen Messwerte (•) um eine Gerade (—) bei Auftragung der Zeit gegen die Pixelwerte der Fluidfront. Die schematische Darstellung rechts zeigt die gekrümmten Fluidfront im mikrofluidischen Kanal, mit eingezeichnetem optischem Messpunkt und Schwankungsbreite in x.

Tabelle A.1.: Auflistung der Fehler der einzelnen Messgrößen der Gleichung für die Achsentransformation von Kapazität-Zeit zu Kapazität-Weg.

Fehlergröße	Abweichung
ΔG	$\pm 0,1 \mu m$
Δt	$\pm 1 ms$
Δp_i	$\pm 1 px$
Δm_t	$\pm 6,5 e^{-5 \frac{px}{ms}}$
Δb_t	$\pm 2 px$

Anpassung berechnet werden. Auf der Diagonalen stehen die Varianzen der Parameter. Die Standardabweichung der Parameter berechnet sich zu

$$\delta_m = \sqrt{\text{Var}(m_t)} , \quad (\text{A.2})$$

$$\delta_b = \sqrt{\text{Var}(b_t)} . \quad (\text{A.3})$$

Die Größen der einzelnen Unsicherheiten sind in Tabelle A.1 aufgelistet. Für die Koeffizienten m_t und b_t sind hier Mittelwerte aus mehreren Messungen zur Abschätzung der Fehlergröße aufgeführt.

Die Unsicherheit des Ortes wird aus den einzelnen Fehlern F über die Gaußsche Fehlerfortpflanzung berechnet

$$\Delta S = \sqrt{\sum \left(\frac{\partial s(t)}{\partial F} \Delta F \right)^2} . \quad (\text{A.4})$$

Für die partiellen Ableitungen folgt

$$\frac{\partial s(t)}{\partial G} = \frac{m_t \cdot \bar{t} + b_t - p_m}{p_2 - p_1} \quad (\text{A.5})$$

$$\Leftrightarrow \frac{\partial s(t)}{\partial t} = \frac{G}{p_2 - p_1} \cdot m_t \quad (\text{A.6})$$

$$\Leftrightarrow \frac{\partial s(t)}{\partial m_t} = \frac{G}{p_2 - p_1} \cdot \bar{t} \quad (\text{A.7})$$

$$\Leftrightarrow \frac{\partial s(t)}{\partial b_t} = \frac{G}{p_2 - p_1} \quad (\text{A.8})$$

$$\Leftrightarrow \frac{\partial s(t)}{\partial p_1} = \frac{G}{p_2 - p_1} \cdot (m_t \cdot \bar{t} + b_t - p_2) \quad (\text{A.9})$$

$$\Leftrightarrow \frac{\partial s(t)}{\partial p_2} = \frac{G}{p_2 - p_1} \cdot (m_t \cdot \bar{t} + b_t - p_1) . \quad (\text{A.10})$$

Aus der Transformationsvorschrift sieht man, dass der größte Anteil am Ortsfehler durch den Fehler in der Steigung m_t hervorgerufen wird. Den kleinsten Beitrag liefert die Unsicherheit im Elektrodenabstand G . Im Mittel liegt die optische Unsicherheit bei $30 \mu m$ bis $100 \mu m$.

A.3 Genauigkeit der Simulation

Eine numerische Berechnung weist immer Abweichungen zur realen Situation auf. Sie können nicht vollständig aufgehoben werden, da sowohl das geometrische, als auch das mathematische Modell Annahmen zur Vereinfachung des realen Systems treffen. So berücksichtigt z.B. die analytische Formel für die Kapazität eines Plattenkondensators nicht den Einfluss der Streufelder am Rand. Die numerische Lösung der Simulation berücksichtigt diese zwar, führt jedoch an anderen Stellen durch Näherungen zu Fehlern. Neben den Abweichungen durch vereinfachte Annahmen, können Simulationen auch durch unpassende Modellbedingungen Abweichungen über den Toleranzen aufweisen. In Kapitel 4.3.4 wurde bereits der Einfluss der Gitterelementgröße und der Größe des Feldraums dargestellt.

Im Folgenden werden zunächst die Unterschiede zwischen analytischer, numerischer und gemessener Kapazität an einem konkreten Beispiel untersucht. Danach werden die Parameter der Simulationsumgebung und des Gitters untersucht, um die optimale Simulationsbedingungen für den MPS zu finden.

Die Rahmenbedingungen der Simulation wurden am Modell eines Plattenkondensators getestet. Für diese Geometrie kann die Kapazität sowohl analytisch, als auch durch ein Experiment bestimmt werden. Für die Messung wurde ein quadratisches Stück mit der Kantenlänge $l = 10,2\text{ mm}$ aus einer doppelseitigen Platine gesägt. Die Platine hat eine Dicke von $d = 1.6\text{ mm}$ und beidseitig eine $35\text{ }\mu\text{m}$ dicke Schicht Kupfer. Die Metallflächen sind mit einer Schicht Stopplack versiegelt. Die Dicke des Stopplacks beträgt $30\text{ }\mu\text{m}$. Der effektive Abstand der Elektroden ist somit $1.54\text{ }\mu\text{m}$. Analytisch kann die Kapazität über die Formel Gl. 4.1 berechnet werden. In Tabelle A.2 sind die Ergebnisse dargestellt.

Die simulierte Kapazität beträgt $3,05e^{-12}\text{ F}$. Das liegt 33% über dem berechneten Wert. Der Unterschied zwischen Rechnung und Simulation liegt in der inhomogenen Feldausbreitung an den Rändern des Kondensators. Diese Streufelder werden in der Simulation berücksichtigt, nicht aber in der analytischen Lösung. Durch die kleinen Abmessungen des Sensors, ist der Einfluss des Streufeldes besonders groß und macht hier ein Drittel der Kapazität aus. Im Vergleich mit der gemessenen Kapazität ist die numerische Lösung 10% kleiner. Der Unterschied ist kleiner als zur analytischen Lösung, da sowohl die Simulation, als auch das Experiment die Streufelder berücksichtigen. Bei der Messung spielt zusätzlich noch die Art der Kontaktierung der Metallflächen eine Rolle. Zwischen den Kontakten und Kabeln kann das Signal übersprechen. Auch ein Einfluss umgebender Objekte und Felder kann das Signal beeinflussen.

Tabelle A.2.: Gemessene und berechnete Kapazität eines Plattenkondensators mit Kantenlänge $l = 10,2\text{ mm}$, Plattenabstand $1.54\text{ }\mu\text{m}$ und Dielektrikums mit $\epsilon_r = 4,6$.

	Kapazität
analytisch	$2,75e^{-12}\text{ fF}$
numerisch	$3,05e^{-12}\text{ fF}$
Messung	$3,26e^{-12} \pm 1,9e^{-14}\text{ fF}$

A.3.1 Gitterstudie

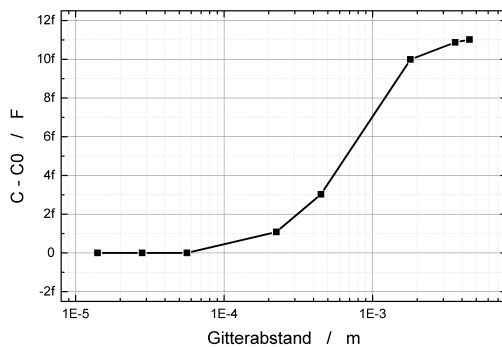
Die Simulationen in dieser Arbeit werden mit Comsol Multiphysics durchgeführt. Comsol nutzt im ACDC-Modul die Finite Elemente Methode. Dabei spielt die Güte des Gitters, auf dessen Knoten die Lösungen berechnet werden, eine zentrale Rolle. Die hier verwendeten Differentialgleichungen berechnen das elektrische Potential auf den Knotenpunkten. Durch Einsetzen der Ergebnisse in die Ansatzfunktionen der Gitterelemente kann das elektrische Feld in den Elementen berechnet werden. Liegen die Knoten weit auseinander, sind also die Gitterelemente sehr grob gewählt, wird die Feldverteilung auch nur grob angenähert. Im Grenzfall einer Gittergröße $h \rightarrow 0$ erhält man die exakte Lösung der gegebenen Gleichungen. Endliche Rechenzeiten und Rechenkapazitäten machen es jedoch unmöglich ein so exaktes Gitter zu implementieren. Daher muss die Lösung genähert werden. Ziel einer Simulation ist es, den Unterschied zur exakten Lösung innerhalb eines akzeptablen Toleranzrahmens zu halten. Gleichzeitig muss die Rechendauer dabei in einem realistischen Bereich bleiben. Der Toleranzwert ist abhängig vom gegebenen Problem.

Das Gitter in Comsol zeichnet sich durch fünf Parameter aus. Davon ist die minimale Elementgröße der kritische Parameter. Der Sensor besteht aus mehreren Materialschichten. Dabei liegen die Strukturgrößen, die vom Gitter abgebildet werden müssen, von einigen zehn Mikrometern bis mehreren Zentimetern vor. Diese Schichten müssen durch das Gitter abgebildet werden. Für die Gitterstudie wird die Kapazität in Abhängigkeit der kleinsten Elementgröße untersucht. Dazu wurde zunächst ein von Comsol generiertes Gitter normaler Feinheit erstellt. Anschließend wurde die minimale Elementgröße in jedem Schritt halbiert. Die so berechnete Kapazität wird mit der Kapazität verglichen, die als zuverlässig Lösung gilt; in diesem Fall ist das die Lösung für die kleinste Elementgröße des Gitters. In Abbildung A.2a ist die Abweichung der Kapazität gegen den logarithmische Gitterabstand aufgetragen. Die maximale Abweichung beträgt 11 fF für den größten Gitterabstand. Für kleiner werdende Gitterabstände sinkt die Abweichung, bis sie einen konstanten Wert erreicht. Dieser wird bei einem Gitterabstand von $5e^{-5}$ erstmals erreicht. Als sicherer Wert wird hier der zweite Punkt mit konstanter Kapazität gewählt. Der Gitterabstand ist in diesem Fall $3e^{-5}$, was auch der kleinsten geometrischen Abmessung in dem Modell entspricht. Daher wird in den folgenden Simulationen der Gitterabstand an die kleinste geometrische Abmessung angepasst. In Abbildung A.2b ist die Rechenzeit gegen den Gitterabstand dargestellt. Mit kleineren Gitterelementen steigt auch die Rechenzeit auf 100s. Diese Rechenzeit ist nicht kritisch, also kann mit dem sehr feinen Gitter gearbeitet werden.

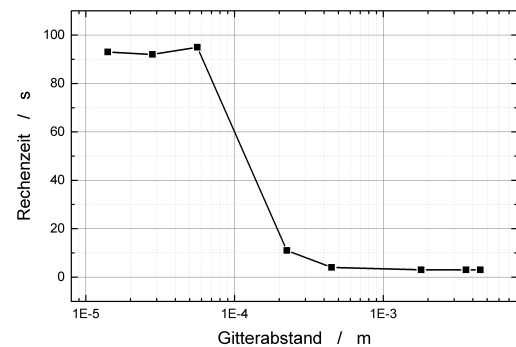
A.3.2 Feldraumstudie

Die Größe des Feldraums wird in Comsol durch ein Luftvolumen vorgegeben. Darin befindet sich der Kondensator. Die Wahl der Größe des Feldraums hängt mit der Abnahme des durch den Sensor generierten elektrischen Felds zusammen. Ist das Gebiet zu klein, tritt eine Verzerrung des elektrischen Feldes durch den Rand des Gebietes auf. Dadurch werden die Ergebnisse der Simulation verfälscht. Der Feldraum hat auch einen Einfluss auf den Speicher und Rechenaufwand. Ein größeres Volumen enthält bei gleicher Netzgüte automatisch mehr Knotenpunkte für die eine Lösung des Potential gesucht werden muss. Der Rechenaufwand steigt somit überproportional zum Modellvolumen. Hier muss ein Optimum zwischen Genauigkeit der Ergebnisse und Rechenaufwand gefunden werden.

Für die Simulationen des MPS wird eine kugelförmiger Feldraum verwendet. In der Feldstudie wird die Kapazität in Abhängigkeit des Radius des Feldraums untersucht. Der Radius wird dabei von 2 cm bis 20 cm variiert. Als Referenzkapazität wird der Wert für den größten Feldraum gewählt. In Abbildung A.3a ist der Radius gegen die Abweichung der Kapazitäten zur Referenzkapazität aufgetragen. Die Kurve zeigt einen logarithmischen Abfall. Nach einem raschen Abfall, geht der Verlauf in einen konstanten Wert über. Die maximale Abweichung für den kleinsten Feldraum beträgt $4 f F$. Das Feld in einem Plattenkondensator befindet sich hauptsächlich zwischen den Platten. Der Einfluss der Feldraumbegrenzung ist daher nicht sehr stark. Da es sich bei dem MPS um eine offene Kondensatoranordnung handelt, ist hier ein stärkerer Einfluss zu erwarten. Durch die Schirmelektroden des MPS kann jedoch davon ausgegangen werden, dass die Felddausbreitung auch hier stark begrenzt ist. Neben der Abweichung muss auch der Rechenaufwand berücksichtigt werden. Dieser ist in Abbildung A.3b dargestellt. Aufgetragen ist der Feldraumradius gegen die Anzahl der Freiheitsgrade. Diese sind gleichbedeutend mit der Anzahl der zu berechnenden Potentiale und damit auch dem Rechenaufwand. Der Aufwand steigt kontinuierlich mit dem Radius an. Um die Balance zwischen der Abweichung und dem Rechenaufwand zu halten, wird im folgenden der MPS mit einem Feldraum vom Radius 10 cm simuliert.

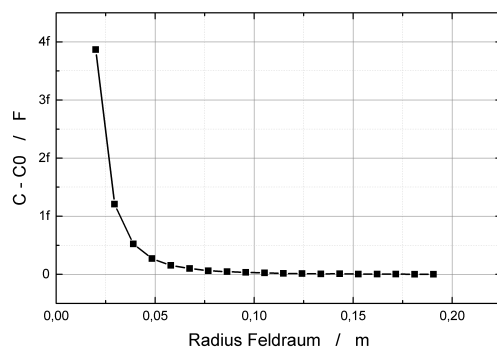


(a)

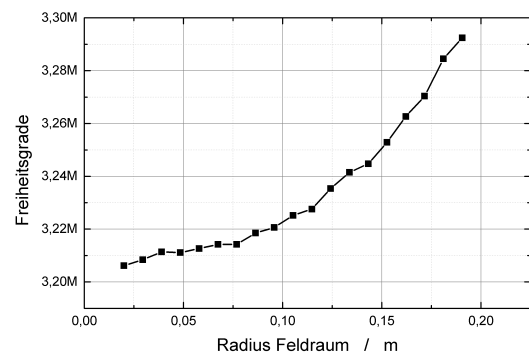


(b)

Abbildung A.2.: a) Der Graph zeigt die Abhängigkeit der simulierten Kapazität von der Gittergröße. Dabei ist die minimale Elementgröße des Gitters gegen die Abweichung der Kapazität von der zuverlässigen Lösung aufgetragen. Dabei wurde der zuverlässige Kapazitätswert mit dem kleinsten, und daher genauesten, Gitter simuliert. b) stellt dem die Rechenzeit gegenüber, die benötigt wurde um mit dem jeweiligen Gitterparametern die Kapazität zu berechnen.



(a)



(b)

Abbildung A.3.: Die Graphen zeigen den Einfluss der Größe des simulierten Raums um den MPS. a) Aufgetragen ist der Radius des stimulierten Feldraums gegen die Abweichung der berechnete Kapazität von der besten numerischen Lösung. b) Aufgetragen ist hier die Größe des simulierten Raums gegen die Anzahl der Freiheitsgrade. Die Freiheitsgrade bezeichnen die zu berechnenden Potentiale und sind daher proportional zur Rechenzeit.

B Software

B.1 Software zur Steuerung der Messung

Für die Messungen mit dem **Moving Plug Sensor (MPS)** wird das Impedanzspektrometer *Alpha-Analyzer* der Firma *NovoControl* verwendet. Zur Steuerung einer Messung dient die mitgelieferte Software *Win-Deta*.

Das Impedanzspektrometer ist vorgesehen für die Verwendung mit speziellen, einfach strukturierter Messzellen, die auch vom Hersteller bezogen werden können. Aus der Geometrie der Messzelle wird von der Software die Zellkonstante berechnet und als Korrekturfaktor für die Messwerte verwendet. Als Geometrieparameter können entweder der Elektrodendurchmesser bei Verwendung runder Elektroden oder die Anzahl verzahnter Elektroden angegeben werden. Da sich diese Korrekturfunktion in der Software nicht deaktivieren lässt, ist die verwendbare Geometrie der Messzellen stark eingeschränkt. Der MPS lässt sich aufgrund der Schirmelektrode nicht durch die zur Verfügung stehenden Parameter beschreiben.

Das Impedanzspektrometer kann auch unabhängig von der mitgelieferten Software über eine GPIB Schnittstelle angesprochen werden. Von *NovoControl* wird dazu eine Bibliothek mit Steuerbefehlen bereitgestellt. Mit Hilfe dieser Bibliothek wurde für die Messungen am MPS eine eigene Software zur Steuerung des Impedanzspektrometers geschrieben. Die Verwendung einer eigenen Software ermöglicht auch die Integration der optischen Kontrollmessung in den Ablauf.

Ein Ablaufschema des Programms befindet sich in Abbildung B.1. Gesteuert wird die Software hauptsächlich über textbasierte Benutzereingaben.

Vor der Messung können die Werte für Spannung, Frequenz und Dauer der Messung über eine Textabfrage in der Konsole angegeben werden. Diese Parameter lassen sich über ein Menü in beliebiger Reihenfolge ändern, bevor eine Messung gestartet wird. Nach Start der Messung werden weitere Sensor bezogene Daten abgefragt. Diese werden teilweise über eine graphische Benutzerschnittstelle eingegeben. Vor dem Messbeginn wird ein Bild der Kamera angezeigt. In diesem Bild setzt man durch einen Mausklick eine Referenzmarkierung jeweils an der inneren Kante der beiden Elektroden. Diese Markierungen dienen der späteren Umrechnung der Bildpixel in *mm*. Dazu wird im Anschluss der reale Abstand der Elektroden abgefragt und gespeichert. Genauso wird auch die Bezeichnung der verwendeten MPS Familie und die Flüssigkeit abgefragt. Zusammen mit den Messparametern wie Frequenz und Spannung, werden diese Sensorparameter als Preconditions zur weiteren Verwendung im Code in einer Struktur gespeichert. Damit die Parameter auch der jeweiligen Messung zugeordnet werden können, werden sie ebenfalls in den Header der Messergebnisdatei geschrieben.

Zur Minimierung des Rechenaufwands, wird zudem eine Region Of Interest (ROI) um den Kanal definiert. Bevor die Referenzmarker gesetzt werden, wird daher bei

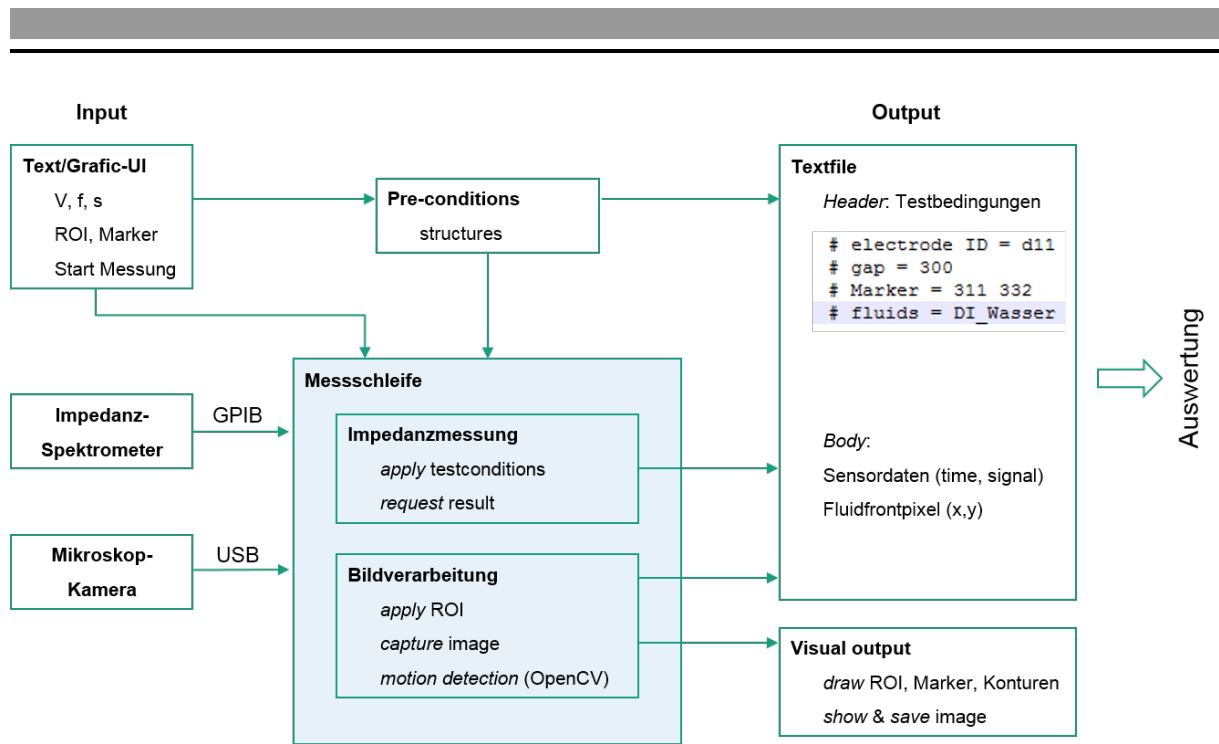


Abbildung B.1.: Schematische Darstellung der Software zur Steuerung des Impedanzspektrometers.

gedrückter Maustaste ein Rechteck auf dem Kamerabild gezogen. Die Verwendung der Region Of Interest (ROI) minimiert Fehldetektionen durch veränderte Lichtbedingungen und Schattenwürfe.

Den Kern der Software stellt die Messschleife dar. Für die vorher festgelegt Dauer der Messung werden hier in einer Schleife sowohl kapazitive Messwerte, als auch optische Referenzwerte aufgezeichnet. In Abbildung B.2 ist ein Ausschnitt des Quelltextes der Messschleife abgebildet. Die Schleife ist in zwei Teile gegliedert, die Messung und die Nachbearbeitung der Werte.

Das Spektrometer korrigiert den gemessenen Wert zum einen durch Messungen an Referenzkondensatoren und zum anderen um die Einflüsse der Zuleitungen. Bis das Spektrometer den Wert an den Rechner zurückgeben kann, können so einige Millisekunden vergehen. Daher wird zuerst über die Funktion *inst.timeSweepStart()* der Befehl an das Impedanzspektrometer geschickt einen Messwert zu generieren. Direkt im Anschluss wird von der Kamera ein Bild aufgenommen. Erst danach wird das Impedanzspektrometer aufgefordert den Messwert zu senden. Dadurch wird garantiert, dass zwischen dem elektrischen Messpunkt und dem Optischen Messpunkt die zeitliche Differenz nicht größer als $2\text{ ms} \pm 1\text{ ms}$ ist. Die daraus resultierende Messungenauigkeit wurden in Kapitel A.2 behandelt. Vor jedem Messpunkt wird über die Funktion *elapsedMsecSince* die Millisekunden nach Start der Messung abgerufen.

Bis zu dieser Stelle im Quelltext wurde nur ein Bild des Kanals und der Flüssigkeit aufgenommen. Erst im nächsten Abschnitt des Quelltextes wird die Position der Phasengrenze aus dem Foto extrahiert und der eigentliche optische Messpunkt generiert. Dazu wird der vorher definierte Ausschnitt des Bildes für die weitere Bearbeitung extrahiert. Mit dem Befehl *imgDraw.contoures* wird die *BackgroundSubtractorMOG2* Klasse der C++ Bibliothek *OpenCV* angesprochen. Auf die Funktionsweise der Bewegungsdetektion wurde in Kapitel 5.2.4 eingegangen. Die so gefundene Kontur der Phasengrenze

```

/// loop for live streaming and measuring
while(now < tmg.nTime*1000 ) {

    Point frontSigma = Point2f(0,0);
    Point frontCenter = Point(0,0);
    Point frontUnsicher = Point2f(0,0);

    /// MESSUNG
    now = elapsedMsecSince(&stime);
    inst.timeSweepStart();
    cam.captureFrame(*imgDraw.frame);
    inst.timeSweepResult(frontDataY[0]);
    printf(" << now %i \n", now);

    /// POSTPROCESSING
    /// apply ROI: region of interest
    Mat mask(imgDraw.frame->size(), CV_8UC1, Scalar::all(0));
    mask(ROI).setTo(Scalar::all(255));
    imgDraw.frame->copyTo(masked, mask);
    /// get contours
    imgDraw.contoures = subtractor.getContours(masked);
    /// calculate for center and error(sigma)
    frontCenter = calcCenter(imgDraw.contoures);
    frontSigma = calcSigma(frontCenter, imgDraw.contoures);
    frontUnsicher = calcUnsicherheit(frontSigma, imgDraw.contoures);
}

```

Abbildung B.2.: Zentraler Codeblock der Software zur Steuerung der Messung. Abgebildet ist die Mess-Schleife in der direkt hintereinander ein Messpunkte und ein Bild aufgenommen werden. Im Anschluss wird die Bewegungsanalyse innerhalb der ROI des Bildes vorgenommen.

wird auf den Mittelpunkt reduziert um einen Messpunkt zu erhalten. Die elektrischen und optischen Messpunkte werden anschließend in der gleichen Textdatei gespeichert, in deren Header die Mess- und Sensorparameter stehen. Gleichzeitig wird das Bild der Kamera inklusive der ROI und Marker gespeichert und am Ende der Messung in ein Video konvertiert.

Die Messdaten werden im Anschluss mit einem Python-Skript kombiniert (Anhang B.2).

B.2 Software zur Auswertung der Messung

Die von der Messsoftware erstellte Textdatei enthält die kapazitiven und optischen Messwerte als Funktion der Zeit. Um die für den MPS charakteristischen Extrema Positionen der Phasengrenze über dem Sensor zuordnen zu können, werden die Zeitwerte in Positionswerte umgerechnet. Die Achsentransformation ist nicht in die Messsoftware integriert, sondern wird von einem Python-Skript durchgeführt. Die Verbindung der optischen und kapazitiven Messwerte liefern die Pixelwerte der Marker und der Elektrodenabstand die aus dem Header der Messdatei ausgelesen werden.

In Abbildung B.3 ist der Quelltext der Berechnung der Ortskoordinaten abgebildet. Zunächst wird aus den Messpunkten der Pixelwerte ein Bereich ausgewählt in dem die Daten linear verlaufen. Die Messung startet jeweils eine gewisse Zeit bevor die Phasengrenze den Detektionsbereich betritt und endet nachdem die Phasengrenze den Bereich verlassen hat. Da die Flüssigkeit mit konstanter Flussrate durch den Kanal gepumpt wird, besteht in dem Detektionsbereich ein linearer Zusammenhang zwischen Pixelwert

```

# px value of front
y_px = np.ma.masked_where((data_exp[i][25:-75,xVC] < 120) | (data_exp[i][25:-75,xVC] > 530) , \
                          data_exp[i][25:-75,xVC])

# corresponding time[ms]
x_t = np.ma.array(data_exp[i][25:-75,time], mask=y_px.mask)

# linear regression
coefs, cov = np.ma.polyfit(x_t[:,], y_px[:,], 1, cov=True)
sigmaM = np.sqrt(cov[0,0])
sigmaB = np.sqrt(cov[1,1])

# Achse transformieren
dpx = markers[i][1]-markers[i][0]
pm = markers[i][0] + dpx/2

space_ax[i] = (gap[i]/dpx) * (( coefs[0] * (data_exp[i][:,time]+2) + coefs[1] )-pm)

```

Abbildung B.3.: Zentraler Codeblock der Software zur Auswertung der Messdaten. Dargestellt ist die Transformation der Zeitachse in die Positionsachse. Die Pixel-Zeit Messung wird dafür durch eine Gerade angenähert. Die daraus erhaltenen Koeffizienten werden für die Achsentransformation benötigt.

der Front und Zeit. Die Pixel-Zeit Messpunkte werden anschließend durch eine lineare Regressionsgerade angepasst. Die daraus resultierenden Koeffizienten werden im folgenden Quelltext in die Transformationsgleichung eingesetzt. In Kapitel 5.2.4 wurde die Transformation detailliert beschrieben, sowie in Kapitel A.2 die daraus resultierende Ortsunsicherheit.

Neben der Achsentransformation extrahiert das Skript noch weitere Daten aus den Messwerten. Das Skript analysiert die Daten und berechnet zum einen die im Ergebniskapitel verwendeten Kapazitätswerte wie C_{leer} , C_{voll} usw. Zum anderen werden daraus die Kapazitätsdifferenzen Δ_{peak} , Δ_{min} und Δ_{max} . Auch extrahiert das Skript die Positionen der für den MPS charakteristischen Extrema.

Das Skript ist auch in der Lage mehrere Messdateien einzulesen und hintereinander zu bearbeiten. Die Ergebnisse werden zum einen in Textdateien gespeichert, zum anderen werden auch Graphen erzeugt.

C Glossaries

C.1 Lateinische Symbole

Symbol	Beschreibung	Einheit
A	Fläche	$[m^2]$
C	Kapazität	$[F]$
C_{Hub}	netto Anstieg der Kapazität des Movin Plug Sensors	$[F]$
C_{leer}	Kapazität eines luftgefüllten Kanals	$[F]$
C_{max}	Kapazität des Maximum im Kapazitätsverlauf des Moving Plug Sensors	$[F]$
C_{min}	Kapazität des Minimums im Kapazitätsverlauf des Moving Plug Sensors	$[F]$
C_{voll}	Kapazität eines mit Wasser gefüllten Kanals	$[F]$
\vec{D}	elektrische Flussdichte	$[As/m^2]$
d	Abstand der Elektroden eines Kondensators	$[m]$
D_F	Verlustfaktor	$[n.D.]$
\vec{E}	elektrische Feldstärke	$[V/m]$
f	Frequenz	$[Hz]$
H_{fkt}	Übertragungsfunktion, beschreibt mathematisch die Beziehung zwischen einem Ein- und Ausgangssignal eines dynamischen Systems im Frequenzraum.	$[n.D.]$
$A(s)$	Ausgangssignal, beschreibt das aus einem dynamischen Systems entstehende Signal	$[n.D.]$
$E(s)$	Eingangssignal, beschreibt das eines dynamischen Systems zugeführte Signal	$[n.D.]$
\vec{H}	magnetischen Feld	$[A/m]$
I	elektrischer Strom	$[A]$
I_C	Strom durch einen idealen Kondensator	$[A]$
I_L	Leitungsstrom	$[A]$
I_V	Verschiebestrom	$[A]$
\hat{I}	Amplitude bei Wechselstrom	$[A]$
\vec{J}	Stromdichte	$[A]$
K	Zellkonstante	$[1/cm]$
L	Induktivität einer Spule	$[H]$
n	Ordnungszahl	$[n.D.]$
\vec{P}	Polarisationsfeld	$[C/m^2]$
Q_F	Gütefaktor	$[n.D.]$
Q	elektrische Ladung	$[C]$

Symbol	Beschreibung	Einheit
q	elektrische Probeladung	[C]
R	ohmscher Widerstand	[Ω]
S	Strecke die die Fläche A umschließt	[m]
T	Periodendauer einer Schwingung	[s]
U	elektrische Spannung	[V]
\hat{U}	Amplitude bei Wechselspannung	[V]
Y^*	Admittanz, Kehrwert der Impedanz	[S]
Y''	Imaginärteil der Admittanz, Suszeptanz	[S]
Y'	Realteil der Admittanz, Konduktanz	[S]
Z^*	komplexer Wechselstromwiderstand, Impedanz	[Ω]
Z''	Imaginärteil der Impedanz, Blindwiderstand	[Ω]
Z'	Realteil der Impedanz, Wirkwiderstand	[Ω]

C.2 Griechische Symbole

Symbol	Beschreibung	Einheit
χ	Suszeptibilität	[n.D.]
Δ	Differenz	[n.D.]
Δ_{max}	Differenz zwischen Vollkapazität und Maximalkapazität des Moving Plug Sensors	[F]
Δ_{min}	Differenz zwischen Leerkapazität und Minimalkapazität des Moving Plug Sensors	[F]
Δ_{peak}	Differenz der Peakkapazitäten des Moving Plug Sensors	[F]
δ	Komplementärwinkel von θ	[°]
ϵ	Permittivität	[$\frac{As}{Vm}$]
ϵ_0	Feldkonstante, $\epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12}$, Permittivität des Vakuums	[$\frac{As}{Vm}$]
ϵ_r	relative Permittivität, dimensionsloses Verhältnis der Permittivität eines Mediums zur Permittivität des Vakuums	[n.D.]
μ	elektrische Mobilität, Ionenbeweglichkeit	[m ² /sV]
ω	Kreisfrequenz	[1/s]
Φ	Potential	[V]
ϕ	Phase	[rad]
π	Die Kreiszahl	[n.D.]
ζ	Zeta-Potential	[V]
σ	Leitfähigkeit	[S/m]
τ	Relaxationszeit	[s]
θ	Winkel zwischen Real- und Imaginärteil der Impedanz	[°]

C.3 Abkürzungen

Abkürzung	Beschreibung
BNC	Bayonet Neill Concelman, eine Koaxialstecker Bauform
CPE	Konstantes Phasenelement (eng. Constante-Phase-Element), beschreibt die Materialeigenschaften im Ersatzschaltkreis.
EMV	Elektromagnetische Verträglichkeit
C ⁴ D	Elektrochemische Methode zur kontaktfreien Leitfähigkeitsmessung (engl. Contactless Capacitively Coupled Conductivity Detection).
CAD	rechnerunterstütztes Konstruieren (engl. computer-aided design)
DNS	Desoxyribonukleinsäure, Biomolekül und Träger der Erbinformation (Gene) in Lebewesen
ESR	serieller Ersatzwiderstand
FEM	Finiten Elemente Methode
FDM	Finiten Differenzen Methode
FR4	glasfaserverstärkter Kunststoff
HF	Hochfrequenz
HVB300	<i>High Voltage Booster 300</i> , Zusatz zum Novocontrol Impedanzspektrometer
LED	Leuchtdiode (eng. light-emitting diode)
LOC	Ein mikrofluidisches System das auf der Fläche einer Chipkarte die gesamte Funktionalität eines makroskopischen Labors unterbringt.
MPS	Moving Plug Sensor
GPiB	<i>General Purpose Interface Bus</i> , externer paralleler Datenbus
PMMA	Polymethylmethacrylat, umgangssprachlich Acrylglas oder Plexiglas
Dx/y	Bezeichnung der Moving Plug Sensoren, dabei bezeichnet y die Familie und x den Elektrodenabstand.
μTAS	Eine mikrofluidische Analysesysteme die auf kleinster Fläche die gesamte Funktionalität eines makroskopischen Labors unterbringt.
PCB	Leiterplatte (eng. printed circuit board)
PCR	Polymerase-Kettenreaktion (englisch polymerase chain reaction), eine Methode zur in vitro Vervielfältigung der Erbsubstanz DNS.
PEEK	Polyetheretherketon, hochtemperaturbeständiger thermoplastischer Kunststoff der Stoffgruppe der Polyaryletherketone
ROI	Bereich einer Messung dessen Daten ausgewertet werden sollen, eng. Region of Interest (ROI)

C.4 Abbildungsverzeichnis

1.1	Skizze des MPS	3
2.1	Skizze mikrofluidischer Strömungsarten	6
2.2	Skizze Benetzbarkeit	9
2.3	Skizze Blasen- und Tropfenströmung	11
3.1	Arbeitsprinzip der thermischen Sensoren	14
3.2	Prinzip der C ⁴ D Methode in der Kapillarelektrophorese	14
4.1	Schema der Impedanzmessung an koplanaren Elektroden nach dem C ⁴ D Prinzip	17
4.2	Schema eines plan-parallelen Plattenkondensators	19
4.3	Darstellung des Stromflusses durch einen Kondensator	19
4.4	Vektordarstellung der komplexen Größe Impedanz Z	21
4.5	Ersatzschaltbild eines realen Kondensators	23
4.6	Skizze der Verlustwinkel des Ersatzschaltkreises eines realen Kondensators	25
4.7	Aufbau einer Impedanzmessung	27
4.8	Skizze der Polarisationsvorgänge in Materie	29
4.9	Frequenzabhängiger Verlauf der relativen Permittivität	31
4.10	Skizze der Elektrische Feldbrechung an Grenzflächen zwischen Dielektrika	34
4.11	Skizze der Elektrische Feldbrechung an quer- und längs-geschichteten Grenzflächen	34
4.12	Konformen Schwarz-Christoffel Transformation	36
4.13	Schwarz-Christoffel Transformation koplanarer Elektroden	36
4.14	Finiten Differenzen Methode	38
4.15	Finite Elemente Methode	38
4.16	Ablauf und Struktur einer Finite Elemente Simulation	40
4.17	Zusammenspiel von Realität, Modell und Simulation	41
5.1	Schematische Darstellung der Sensorplatine	44
5.2	Explosionszeichnung, Aufsicht und Schnittbilder des MPS	45
5.3	Schematische Darstellung der strukturierten Kupferlagen	45
5.4	Aufnahmen der Elektrodengeometrien des MPS	47
5.5	Übersicht der Komponenten des Versuchsaufbaus	49
5.6	Explosionsansicht der ersten Messzelle	51
5.7	Schematische Darstellung der Optik-Messzelle mit Kamerahalterung	52
5.8	Explosionsansicht der Optik-Messzelle mit Kamerahalterung	53
5.9	Schematische Darstellung der elektrischen Verschaltung des Impedanz- spektrometers	57
5.10	Temperaturverhalten des Impedanzspektrometers	57
5.11	Momentaufnahmen der Form der Phasengrenze	58
5.12	Momentaufnahme der Kamera	59
5.13	Header der Messdatei	61
5.14	Zusammenhang des Pixel-Zeit-Verlaufs und der Weg-Zeit-Funktion	61

5.15	Signalstärke in Abhängigkeit der Anregungsspannung	64
5.16	Darstellung der Verlustwinkel	64
5.17	Ortskurve der gemessenen Impedanz	65
5.18	Magnituden- und Phasendiagramm	65
6.1	Aufbau des MPS	71
6.2	Gegenüberstellung der Signale des MPS und eines Sensors ohne Schirmung	73
6.3	Kapazitätsverlauf eines Tropfens	75
6.4	Simulation der Feldverteilung in Abhängigkeit der Fluidposition	77
6.5	Simulation der Feldbrechung an der Phasengrenze	78
6.6	Skizze des MPS mit Flüssigkeitssäule relativ zum Signalverlauf	80
6.7	Ableitung des Kapazitätsverlaufes	84
6.8	Skizze einer Stufenfunktion und ihre 2. Ableitung	84
6.9	Foto eines senkrecht bzw. parallel verlaufender Kanal	85
6.10	Signalverlauf für parallel und senkrecht verlaufenden Kanal	86
6.11	Signalverlauf paralleler Kanalverlauf	87
6.12	Simulationsmodell	88
6.13	Simulation und Messung der Wasser-Luft Phasengrenze	90
6.14	Vergleich der simulierten und gemessenen Leerkapazität	90
6.15	Simulation des Ableitungssignals an Wasser-Luft Phasengrenze	92
6.16	Momentaufnahme der bewegten Flüssigkeit im mikrofluidischen Kanal . .	97
7.1	Kapazitätsverläufe eines MPS unter Variation des Elektrodenabstandes . .	103
7.2	Verhalten der Leerkapazität bei Veränderung des Elektrodenabstands . .	104
7.3	Kapazitätsverläufe eines MPS mit schmalen Elektroden unter Variation des Elektrodenabstandes	105
7.4	Skizze des Feldverlaufs zweier Sensoren mit unterschiedlichem Elektro- denabstand	106
7.5	Ableitungssignal für unterschiedlichen Elektrodenabstände	107
7.6	Positionen der Extrema gegen den Elektrodenabstand	107
7.7	Simulation des Signals für Variationen des Schirmflächenabstands	110
7.8	Simulation der Gleichgewichtskapazitätswerte in Abhängigkeit des Schir- mabstands	110
7.9	Simulation des Ableitungssignals in Abhängigkeit des Schirmabstands . .	111
7.10	Simulation der Extremapositionen in Abhängigkeit des Schirmabstands . .	112
7.11	Fotografie zweier MPS mit interdigitaler Elektrodenstruktur	113
7.12	Kapazitätsverlauf eines geschirmten Sensors mit vier Elektroden	114
7.13	Kapazitätsverlauf eines geschirmten Sensors mit drei Elektroden	115
7.14	Messungen an verdünnten KCl-Lösungen	120
7.15	Skizze des Kapazitätsverlaufs	120
7.16	Relative Kapazitätsänderung in Abhängigkeit der Leitfähigkeit	122
7.17	Verlauf der Zellkonstante	122
7.18	Extremapositionen in Abhängigkeit der Leitfähigkeit	123
7.19	Simulation des Kapazitätsverlaufs in Abhängigkeit der relativen Permitti- vität	124
7.20	Messung und Simulation des Signalverlauf von Öl	126

7.21	Messung und Simulation des Signalverlauf von Butanol	126
7.22	Extremapositionen in Abhängigkeit der relative Permittivität	127
7.23	Aufnahme der Kanalposition relativ zum Sensor	130
7.24	Signalverlauf eines 300er MPS in Abhängigkeit der Kanalposition	130
7.25	Extremaposition in Abhängigkeit der Kanalposition	132
7.26	Skizzen der Lage des MPS in der Halterung	134
7.27	Relativer Signalverlauf in Abhängigkeit der Sensorlage in der Halterung	135
7.28	Skizze des Feldverlaufes durch den Kanal bei Kippung des MPS	137
7.29	Positionsverhalten der Extrema in Abhängigkeit der Sensorlage in der Halterung	138
7.30	Ableitungssignal in Abhängigkeit des Abstands Sensor zu Kartusche	140
7.31	Extremaposition in Abhängigkeit des Abstands Sensor zu Kartusche	142
A.1	Messgerade der optischen Frontverfolgung	153
A.2	Abhängigkeit der Kapazität von der Gittergröße	158
A.3	Abhängigkeit der Kapazität von der Größe des simulierten Raums	158
B.1	Schematische Darstellung der Software zur Steuerung des Impedanzspek- trometers.	160
B.2	Zentraler Codeblock der Software zur Steuerung der Messung.	161
B.3	Zentraler Codeblock der Software zur Auswertung der Messdaten.	162

C.5 Tabellenverzeichnis

5.1	Maße der Elektroden verschiedener Ausführungen des MPS	47
5.2	Liste der Komponenten der einfachen Messzelle	51
5.3	Liste der Komponenten der Messzelle mit Kamerahalterung	54
5.4	Eigenschaften der im vereinfachten Modell abgebildeten Stoffe	68
5.5	Eigenschaften der im erweiterten Modell abgebildeten Stoffe	69
6.1	Kapazitätsverhalten des Signalverlaufs	74
6.2	Kapazitätsverhalten des simulierten und gemessenen Signalverlaufs	92
7.1	Leerkapazität in Abhängigkeit der Kanalposition	132
7.2	Leerkapazität in Abhängigkeit der Sensorlage in der Halterung	135
A.1	Fehlerbeiträge zur Achsentransformation	153
A.2	Referenzkondensator- und Plattenkondensatorkapazität	155

Bibliography

- [1] H. A. Stone and S. Kim, “Microfluidics: Basic issues, applications, and challenges,” *AlChE Journal*, 2001.
- [2] G. Whitesides, “The lab finally comes to the chip!” *Lab on a Chip*, vol. 14, pp. 3125–3126, 17 2014.
- [3] P. S. Dittrich and A. Manz, “Lab-on-a-chip: Microfluidics in drug discovery,” *Nature Reviews Drug Discovery*, vol. 15, no. 3, pp. 210–218, 2006.
- [4] S. A. Sundberg, “High-throughput and ultra-high-throughput screening: Solution- and cell-based approaches,” *Current Opinion in Biotechnology*, vol. 11, no. 1, pp. 47–53, 2000.
- [5] L. A. Legendre, J. M. Bienvenue, M. G. Roper, *et al.*, “A simple, valveless microfluidic sample preparation device for extraction and amplification of dna from nanoliter-volume samples,” *Analytical Chemistry*, vol. 78, no. 5, pp. 1444–1451, 2006.
- [6] G. N. Doku, W. Verboom, D. N. Reinhoudt, *et al.*, “On-microchip multiphase chemistry—a review of microreactor design principles and reagent contacting modes,” *Tetrahedron*, vol. 61, no. 11, pp. 2733–2742, 2005.
- [7] M. A. Unger, H.-P. Chou, T. Thorsen, *et al.*, “Monolithic microfabricated valves and pumps by multilayer soft lithography,” *Science*, vol. 288, no. 5463, pp. 113–116, 2000.
- [8] G. S. Jeong, S. Chung, C.-B. Kim, *et al.*, “Applications of micromixing technology,” *Analyst*, vol. 135, pp. 460–473, 3 2010.
- [9] P. Kuban and P. C. Hauser, “Ten years of axial capacitively coupled contactless conductivity detection for CZE—a review,” *Electrophoresis*, vol. 30, no. 1, pp. 176–188, 2008.
- [10] A. Serizawa, Z. Feng, and Z. Kawara, “Two-phase flow in microchannels,” *Experimental Thermal and Fluid Science*, 2002.
- [11] K. Triplett, S. Ghiaasiaan, S. Abdel-Khalik, *et al.*, “Gas-liquid two-phase-flow in microchannels Part I: two-phase-flow patterns,” *International Journal of Multiphase flow*, 1999.
- [12] C.-X. Zhao and A. P. Middelberg, “Two-phase microfluidic flows,” *Chemical Engineering Science*, 2011.
- [13] N. Shao, A. Gavriilidis, and P. Angeli, “Flow regimes for adiabatic gas–liquid flow in microchannels,” *Chemical Engineering Science*, 2009.
- [14] A. Günther and K. F. Jensen, “Multiphase microfluidics: From flow characteristics to chemical and materials synthesis,” *Lab on a Chip*, 2006.

-
- [15] M. Kashid and L. Kiwi-Minsker, "Quantitative prediction of flow patterns in liquid-liquid flow in micro-capillaries," *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 2011.
- [16] S. Hardt and T. Hahn, "Microfluidics with aqueous two-phase systems," *Lab on a Chip*, 2011.
- [17] A. Aota, A. Hibara, Y. Sugii, *et al.*, "Shape of the liquid-liquid interface in micro counter-current flows," *Analytical Sciences*, vol. 28, 2012.
- [18] K. Jayaprakash, U. Banerjee, and A. Sen, "Dynamics of rigid microparticles at the interface of co-flowing immiscible liquids in a microchannel," *Journal of Colloid and Interface Science*, 2017.
- [19] F. Tian, W. Zhang, L. Cai, *et al.*, "Microfluidic co-flow of newtonian and viscoelastic fluids for high-resolution separation of microparticles," *Lab on a Chip*, 2017.
- [20] H.-J. Koo, K. V. Waynant, C. Zhang, *et al.*, "Polymer brushes patterned with micrometer-scale chemical gradients using laminar co-flow," *Applied Materials and Interfaces*, vol. 6, pp. 14 320–14 326, 2014.
- [21] Y.-A. Song, S. Hsu, A. L. Stevens, *et al.*, "Continuous-flow pi-based sorting of proteins and peptides in a microfluidic chip using diffusion potential," *Analytical Chemistry*, vol. 78, no. 11, pp. 3528–3536, 2006.
- [22] A. E. Kamholz, B. H. Weigl, B. A. Finlayson, *et al.*, "Quantitative analysis of molecular interaction in a microfluidic channel: The t-sensor," *Analytical Chemistry*, vol. 71, no. 23, pp. 5340–5347, 1999.
- [23] R. Seemann, M. Brinkmann, T. Pfohl, *et al.*, "Droplet based microfluidics," *Reports on Progress in Physics*, vol. 75, no. 1, 2012.
- [24] S. Mashaghi, A. Abbaspourrad, D. A. Weitz, *et al.*, "Droplet microfluidics: A tool for biology, chemistry and nanotechnology," *TRAC Trends in Analytical Chemistry*, 2016.
- [25] H. Stone, A. Stroock, and A. Ajdari, "Engineering flows in small devices: Microfluidics towards a lab-on-a-chip," *Annual Review of fluid Mechanics*, 2004.
- [26] T. M. Squires and S. R. Quake, "Microfluidics: Fluid and physics at the nanoliter scale," *Reviews of Modern Physics*, vol. 77, 2005.
- [27] D.-K. Kang, M. M. Ali, K. Zhang, *et al.*, "Droplet microfluidics for single-molecule and single-cell analysis in cancer research, diagnosis and therapy," *TRAC Trends in Analytical Chemistry*, 2014.
- [28] R. W. Yucha, K. S. Hobbs, E. Hanhauser, *et al.*, "High-throughput characterization of HIV-1 reservoir reactivation using a single-cell-in-droplet PCR assay," *EBioMedicine*, vol. 20, no. Supplement C, pp. 217–229, 2017.
- [29] G. Kamalakshakurup and A. P. Lee, "High-efficiency single cell encapsulation and size selective capture of cells in picoliter droplets based on hydrodynamic microvortices," *Lab on a Chip*, 2017.
- [30] K. Martin, T. Henkel, V. Baier, *et al.*, "Generation of larger numbers of separated microbial populations by cultivation in segmented-flow microdevices," *Lab on a Chip*, 2003.

-
- [31] S. Li, M. Zeng, T. Gaule, *et al.*, “Passive picoinjection enables controlled crystallization in a droplet microfluidic device,” *Small Journal*, 2017.
- [32] T. W. Phillips, J. H. Bannock, A. M. Nightingale, *et al.*, “Controlled multistep synthesis in a three-phase droplet reactor,” *Nature Communications*, 2014.
- [33] T. Young, “III. An essay on the cohesion of fluids,” *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A*, vol. 95, pp. 65–87, 1805.
- [34] L. Zimmermann, “Dreidimensionale nanostrukturierte und superhydrophobe mikrofluidische systeme zur tröpfchengenerierung und -handhabung,” PhD thesis, Karlsruher Institut für Technologie, 2010.
- [35] R. N. Wenzel, “Resistance of solid surfaces to wetting by water,” *Industrial & Engineering Chemistry*, vol. 28, no. 8, pp. 988–994, 1936.
- [36] A. B. D. Cassie and S. Baxter, “Wettability of porous surfaces,” *Trans. Faraday Soc.*, vol. 40, pp. 546–551, 0 1944.
- [37] B. M. Jose and T. Cubaud, “Formation and dynamics of partially wetting droplets in square microchannels,” *RSC Advances*, vol. 4, pp. 14 962–14 970, 2014.
- [38] H. Foroughi and M. Kawaji, “Viscous oil water flows in a microchannel initially saturated with oil: Flow patterns and pressure drop characteristics,” *International Journal of Multiphase flow*, 2011.
- [39] V. S. Ajaev and G. Homsy, “Modeling shapes and dynamics of confined bubbles,” *Annual Review of fluid Mechanics*, 2006.
- [40] R. S. Patel, J. A. Weibel, and S. V. Garimella, “Characterization of liquid film thickness in slug-regime microchannel flows,” *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 2017.
- [41] L. Jingmin, L. Xia, L. Ziyang, *et al.*, “Hydrophobic marking line used to eliminate the edge effect in a microfluidic point-of-care testing,” *Micro/Nanolithography, MEMS, and MOEMS*, 2017.
- [42] R. Seemann, M. Brinkmann, E. J. Kramer, *et al.*, “Wetting morphologies at microstructured surfaces,” *PNAS*, vol. 102, no. 6, pp. 1848–1852, 2005.
- [43] S.-Z. Li, R. Chen, H. Wang, *et al.*, “Simulation on the coalescence of the moving liquid column and droplet in a hydrophilic microchannel by volume of fluid method,” *Applied Thermal Engineering*, 2013.
- [44] J. T. W. Kuo, L. Yu, and E. Meng, “Micromachined thermal flow sensors—a review,” *Micromachines*, vol. 3, p. 550, 2012.
- [45] N. Nguyen, “Micromachined flow sensors—a review,” *Flow measurement and Instrumentation*, vol. 8, no. 1, pp. 7–16, 1997.
- [46] S. Silvestri and E. Schena, “Micromachined flow sensors in biomedical applications,” *Micromachines*, vol. 3, p. 225, 2012.
- [47] F. Mayer, M. Hornung, and R. Vanna, “Flow sensor,” Nov. 2004.
- [48] J. Haneveld, T. S. J. Lammerink, M. Dijkstra, *et al.*, “Highly sensitive micro coriolis mass flow sensor,” in *IEEE 21st International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, 2008, pp. 920–923.

-
- [49] R. Oosterbroek and T. Lammerink, "A micromachined pressure/flow-sensor," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 77, no. 3, pp. 167–177, 1999.
- [50] M. Feller, "Magnetic flow sensor and method," 2002.
- [51] E. Pungor, "Oscillometry and conductometry," *International Series of Monographs on Analytical Chemistry*, vol. 21, 1965.
- [52] B. Gas, M. Demjaneko, and J. Vacik, "High-frequency contactless conductivity detection in isotachopheresis," *Journal of Chromatography A*, vol. 192, no. 2, pp. 253–257, 1980.
- [53] A. J. Zemann, "Contactless conductivity detection for capillary electrophoresis," *Analytical Chemistry*, vol. 70, no. 3, pp. 563–567, 1998.
- [54] F. da Silva, J. A. do Lago, *et al.*, "An oscillometric detector for capillary electrophoresis," *Analytical Chemistry*, vol. 70, no. 20, pp. 4339–4343, 1998.
- [55] R. M. Guijt, Baltussen, and all, "Capillary electrophoresis with on-chip four-electrode capacitively coupled conductivity detection for application in bioanalysis," *Electrophoresis*, vol. 22, no. 12, pp. 2537–2541, 2001.
- [56] F. Opekar, P. Tůma, and K. Štulík, "Contactless impedance sensors and their application to flow measurements," *Sensors*, vol. 13, no. 3, pp. 2786–2801, 2013.
- [57] M. A. Murran and H. Najjaran, "Capacitance-based droplet position estimator for digital microfluidic devices," *Lab Chip*, vol. 12, pp. 2053–2059, 11 2012.
- [58] S. Kohler, C. Benz, H. Becker, *et al.*, "Micro free-flow electrophoresis with injection molded chips," *RSC Adv.*, vol. 2, pp. 520–525, 2012.
- [59] J. G. A. Brito-Neto, J. A. Fracassi da Silva, L. Blanes, *et al.*, "Understanding capacitively coupled contactless conductivity detection in capillary and microchip electrophoresis. part 1. fundamentals," *Electroanalysis*, 2005.
- [60] G. Eder, *Elektrodynamik*. Bibliographisches Insitut, Mannheim, 1967.
- [61] E. Hering, K. Bressler, and J. Gutekunst, *Elektronik für Ingenieure und Naturwissenschaftler*, ser. Springer-Lehrbuch. Springer, 2014.
- [62] W. Schumacher and W. Leonhard, "Grundlagen der Regelungstechnik," *Vorlesungsskript TU Braunschweig*, 2001.
- [63] A. Küchler, *Hochspannungstechnik: Grundlagen - Technologie - Anwendungen*, ser. VDI-Buch. Springer, 2005.
- [64] S. Brandt and H. Dahmen, *Elektrodynamik: Eine Einführung in Experiment und Theorie*, ser. Springer-Lehrbuch. Springer, 2005.
- [65] K. A. Mauritz. (2010). Dielectric responses.png, [Online]. Available: https://commons.wikimedia.org/wiki/File%3ADielectric_responses_DE.svg (visited on 02/29/2016).
- [66] P. Debye, "Polar molecules," *Journal of the Society of Chemical Industry*, 1929.
- [67] P. Atkins and J. de Paula, *Physikalische Chemie*, Bd. 1. Wiley, 2006.
- [68] G. Riera, H. Carrasco, and R. Preiss, "The schwarz-christoffel conformal mapping for "polygons" with infinitely many sides," *International Journal of Mathematics and Mathematical Sciences*, vol. 2008, p. 20, 2008.

-
- [69] R. Schinzinger and P. Laura, *Conformal Mapping: Methods and Applications*, Dover Books on Mathematics. Dover Publ Inc, 2012.
- [70] A. Jarmolaew, "Störgrößenanalyse eines kapazitiven Sensorsystems zur Detektion von Phasengrenzen in mikrofluidischen Kanälen," Master-Thesis, Fraunhofer Institut für Mikromechanik, 2016.
- [71] Fraunhofer ICT-IMM, *Polymer micromachining and processing*, 2017.
- [72] H. Shadpour, H. Musyimi, J. Chen, *et al.*, "Physiochemical properties of various polymer substrates and their effects on microchip electrophoresis performance," *Chinese Journal of Chromatography A*, 2006.
- [73] P. Kaew Tra Kul Pong and R. Bowden, "An improved adaptive background mixture model for realtime tracking with shadow detection," *Proc. 2nd European Workshop on Advanced Video Based Surveillance Systems*, 2001.
- [74] B. Hirschorn, M. E. Orazem, B. Tribollet, *et al.*, "Constant-phase-element behavior caused by resistivity distributions in films," *The Electrochemical Society*, 2010.
- [75] D. Marr and E. C. Hildreth, "Theory of edge detection," *Proc. of the Royal Society of London, B* 207, S. 187-217, 1980.
- [76] K. GmbH. (1999). Polymethylmethacrylat (pmma), [Online]. Available: <http://www.kern.de/cgi-bin/riweta.cgi?lng=1&nr=2610> (visited on 02/25/2016).
- [77] C. de Grotthuss, "Sur la décomposition de l'eau et des corps qu'elle tient en dissolution à l'aide de l'électricité galvanique," *Ann. Chim. (Paris)*. Bd. 58, S. 54-73., 1806.
- [78] D. Harris, G. Werner, and T. Werner, *Lehrbuch der Quantitativen Analyse*, ser. Springer-Lehrbuch. Springer, 2014.
- [79] O. Stern, "The theory of the electrolytic double-layer," *Zeit. Elektrochem.* 30, pp. 508–516, 1924.
- [80] B. J. Kirby and E. F. Hasselbrink, "Zeta potential of microfluidic substrates: 2. data for polymers," *Electrophoresis*, vol. 25, no. 2, pp. 203–213, 2004.
- [81] Z. Kolská, Z. Makajová, K. Kolářová, *et al.*, "Electrokinetic potential and other surface properties of polymer foils and their modifications," *Polymere Science*, 2013.
- [82] H. Falahati, L. Wong, L. Davarpanah, *et al.*, "The zeta potential of pmma in contact with electrolytes of various conditions: Theoretical and experimental investigation," *Electrophoresis*, vol. 35, no. 6, pp. 870–882, 2014.
- [83] A. Graciaa, G. Morel, P. Saulner, *et al.*, "The zeta-potential of gas bubbles," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 172, no. 1, pp. 131–136, 1995.
- [84] H. Horiuchi, A. Nikolov, and D. Wasan, "Calculation of the surface potential and surface charge density by measurement of the three-phase contact angle," *Journal of colloid and interface science*, vol. 385, no. 1, pp. 218–224, 2012.
- [85] B. Bhushan, *Handbook of Micro/Nano Tribology, Second Edition*, ser. CRC series mechanics and materials science. Taylor & Francis, 1998.



Danksagung

Dank möchte ich all denen sagen, die mich durch mein Studium begleitet und unterstützt haben, und mir damit ermöglicht haben zu promovieren.

Insbesondere gilt dieser Dank Herrn Prof. Steffen Hardt und meinem Betreuer am Fraunhofer ICT-IMM, Herrn Dr. Michael Baßler. Sie haben mir die Möglichkeit gegeben, an diesem interessanten und spannenden Thema zu arbeiten. Auch haben sie mich fortwährend mit Ideen zur Analyse von unerwarteten Messergebnissen unterstützt.

Ein großer Dank geht auch an meine Kollegen und Mitdoktoranden am Fraunhofer ICT-IMM, für die besonders freundschaftliche Atmosphäre. Besonders für die fruchtbaren Diskussionen und aufbauenden sowie ablenkenden Unterhaltungen während der Kaffeepausen danke ich Andrea, Lisa, Mareike, Jörn, Christian, Markus und Julian, sowie auch Matthias, Knut und Michael, die für alle technischen und elektronischen Probleme und Fragen stets ein offenes Ohr und Ideen hatten.

Im Besonderen möchte ich mich bei Olaf Leidinger bedanken, der mir bei Fragen bzgl. der Steuersoftware und Einrichtung meines Computers kurz vor Abgabe dieser Arbeit geholfen hat. Auch für die aufmunternden Worte möchte ich mich gerne noch einmal bei dir bedanken!

Danken möchte ich auch meiner Familie und meinem Freund, für die sowohl fachliche, als auch emotionale Unterstützung.



Erklärung zur Dissertation

Hiermit versichere ich, die vorliegende Dissertation ohne Hilfe Dritter nur mit den angegebenen Quellen und Hilfsmitteln angefertigt zu haben. Alle Stellen, die aus Quellen entnommen wurden, sind als solche kenntlich gemacht. Diese Arbeit hat in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner Prüfungsbehörde vorgelegen.

Darmstadt, den 26. Februar 2018

(Almuth Hoffmann)

Lebenslauf

Angaben zur Person

geboren am 6. September 1986 in Darmstadt
deutsche Staatsangehörigkeit

Berufserfahrung

- 07/2017 - **Fraunhofer IOSB, Karlsruhe.**
heute *wiss. Mitarbeiterin in der Abteilung Interoperabilität und Assistenzsysteme (IAS)*
- 04/2016 - **MBtech-Group, Einsatzort Porsche AG Weissach.**
06/2017 *Testingenieur / Teilprojektleiter*
 - Experte Fahrzeugvernetzung CAN
 - Verantwortlich für die Organisation der Schnittstellentests einer Automobilbaureihe
- 09/2012 - **Fraunhofer ICT-IMM in Mainz.**
12/2015 *wiss. Mitarbeiterin in der Abteilung Mikrofluidik und Analytik*
 - Entwicklung eines mikrofluidischen Sensors im Rahmen einer Promotion
 - Betreuung und Einweisung von Studenten

Akademische Ausbildung

- 09/2012 - **Promotion in Kooperation mit der TU Darmstadt.**
11/2017 *Fraunhofer ICT-IMM, Mainz*
 - Konzeption, theoretische und experimentelle Validation eines akkuraten und robusten elektrischen Sensors zur kontaktfreie Überwachung bewegter Flüssigkeitsvolumen in mikrofluidischen Systemen
- 10/2006 - **Studium der Physik auf Diplom, Note 1,6.**
01/2012 *Universität des Saarlandes, Saarbrücken*
 - Proteinadsorption auf hydrophobisierten Oberflächen - Bestimmung und Modellierung von Adsorptionskinetiken und deren Abhängigkeit von Prozessparametern
- 06/1997 - **Abitur, Note 2,0.**
06/2016 *Edith Stein Gymnasium, Darmstadt*

Praktika

- 01/2012 - **Universität des Saarlandes, Saarbrücken.**
06/2012 *Wiss. Mitarbeiterin am Lehrstuhl für „Weiche und Kondensierte Materie“*
 - Übungsgruppenbetreuung der Experimentalphysikvorlesungen
 - Projektbezogene Forschung
- 06/2009 - **University of California, Santa Barbara, USA.**
08/2009 *studentische Hilfskraft im Department Chemical Engineering*
 - Projektarbeit zum Thema Induced charge electro-osmosis over self-assembled-monolayers
- 11/2008 - **Universität des Saarlandes, Saarbrücken.**
05/2009 *studentische Hilfskraft am Lehrstuhl für Quantenoptik*
 - Aufbau eines Experiments zur Laserspektroskopie für das Fortgeschrittenenpraktikum